



UNIVERSIDAD COMPLUTENSE MADRID

Proyecto de Innovación

Convocatoria 2017/2018

Proyecto Nº 76

**Adquisición de competencias en los laboratorios de Química Orgánica General:
evaluación de satisfacción, propuestas de mejora y adaptación al alumnado con
Necesidades Educativas Especiales**

Responsable: Paloma Martínez Ruiz

Facultad de Ciencias Químicas

Departamento de Química Orgánica I

1. Objetivos propuestos en la presentación del proyecto

En el contexto de un cambio en el calendario de prácticas de Laboratorio de la asignatura Química Orgánica I (Asignatura troncal cursada en Segundo curso del Grado en Química de la UCM), se propuso como Objetivo Principal la elaboración de una propuesta de programa de Laboratorio mejorada, basada en el desarrollo de herramientas de análisis de prácticas experimentales de laboratorio que permitan la adquisición de las competencias de la asignatura por parte de los alumnos de Q. Orgánica I, haciendo también accesible la actividad a aquellos que presentan Discapacidad o Necesidades Educativas Especiales.

Para la consecución de este Objetivo Principal se fijaron los siguientes Objetivos Específicos:

Objetivo 1: Análisis, a través de encuestas de satisfacción realizadas a alumnos y profesores, del grado de adquisición de competencias y las carencias que pueden ser corregidas mediante la introducción de nuevas prácticas y reestructuración del programa.

Objetivo 2: Elaboración de una herramienta de análisis que permita cruzar los parámetros a analizar en cada práctica (técnicas, operaciones, adecuación al calendario, infraestructura requerida, etc) y dar una respuesta en términos de adquisición de competencias específicas.

Objetivo 3: Propuesta y validación de nuevas prácticas, aplicando la herramienta desarrollada, que puedan resolver las carencias detectadas y elaboración de un nuevo programa optimizado que a su vez sea susceptible de recibir nuevos análisis y actualizaciones de forma continua en cursos sucesivos.

Objetivo 4: Desarrollo de una herramienta de detección de barreras físicas, sensoriales, de comunicación o de cualquier otra índole que suponga una limitación en el acceso a la adquisición de competencias por parte de los estudiantes con discapacidad o NEE que cursan las prácticas, y ponerla a disposición de los alumnos con la antelación suficiente para garantizar la realización de las adaptaciones necesarias.

2. Objetivos alcanzados

El Proyecto ha concluido con la consecución del Objetivo principal alcanzado, ya que se ha podido llegar a la elaboración de una propuesta mejorada del programa de prácticas, que puede ser adaptado para garantizar el acceso y consecución de las competencias de la materia al alumnado con Discapacidad o NEAE. La nueva propuesta conserva las prácticas más valoradas por profesores y alumnos, y las puntuaciones obtenidos empleando las herramientas de análisis desarrolladas en el proyecto son muy superiores a las iniciales, habiéndose solventado asimismo muchas de las carencias detectadas en el aprovechamiento del tiempo y la adquisición de competencias y objetivos de aprendizaje.

Puesto que la consecución del Objetivo Principal iba ligada al éxito en los Objetivos parciales, se destacan los siguientes logros en relación a ellos:

Objetivo 1:

Indicadores correspondientes al Objetivo 1:

- 1.1. Número de encuestas de satisfacción contestadas por parte de alumnos y profesores (Anexos 1 y 2)
Encuestas contestadas por los alumnos: 180 (2015-16), 205 (2016-17) y 178 (2017-18), siendo la media de respuestas de un 85%.
Número de encuestas contestadas por los profesores: se envió un formulario de encuesta telemática automática a 35 profesores que habían impartido las prácticas en los últimos tres cursos, y se obtuvieron 17 respuestas (48% de respuesta).
- 1.2. Nivel de satisfacción de los alumnos respecto al programa de prácticas actual. El análisis de los datos (ver Anexo 1) se recoge en el Apartado 5.
- 1.3. Nivel de satisfacción de los profesores respecto al programa de prácticas actual. El análisis de los datos (ver Anexo 2) se recoge en el Apartado 5

Objetivo 2:

Indicadores correspondientes al Objetivo 2:

- 2.1. Elaboración y disponibilidad de la herramienta de análisis. Se han elaborado dos herramientas que consisten en sendas páginas Excel en las que se analizan los distintos ítems de aprendizaje relacionados con cada práctica (Herramienta I, Anexo 3) o con cada competencia (Herramienta II, Anexo 4)
- 2.2. Número de competencias y procesos analizados: El análisis de los resultados obtenidos aplicando las Herramientas (ver Anexos 3 y 4) se detalla en el Apartado 5
- 2.3. Número de competencias y procesos susceptibles de mejora detectados: El análisis de los resultados (ver Anexos 3 y 4) se detalla en el Apartado 5

Objetivo 3:

Indicadores correspondientes al Objetivo 3:

- 3.1. Número de prácticas analizadas. Se ha realizado una búsqueda en cinco libros especializados, material on-line, programas de otras Universidades, revistas como *The Journal of Chemical Education* y programas anteriores de la UCM,

- analizándose un número superior a las 200 prácticas, de diferentes niveles y duración. (ver Anexo 5 con listado de bibliografía, material consultado y prácticas)
- 3.2. Número de prácticas elegibles para el programa que pasan a la fase de prueba. En total, se analizaron 25 prácticas diferentes, y se seleccionaron 8 de ellas.
 - 3.3. Número de prácticas que superan la fase de prueba y se incorporan a la base de datos, sean o no implementadas. En la fase 3, se realizaron cerca de treinta reacciones químicas de prueba sobre las 8 prácticas seleccionadas; de todas ellas, dos se descartaron por no funcionar adecuadamente, dos se seleccionaron para el programa, cuatro se guardaron como opciones de recambio, y se modificaron dos de las existentes.
 - 3.4. Número de competencias susceptibles de ser adquiridas y/o consolidadas por los alumnos en el programa optimizado respecto al anterior. Ver Anexo 6 con la comparativa del programa inicial y el programa propuesto; los resultados se comentan en el Apartado 5. En el Anexo 7 se recoge la propuesta final realizada por el Equipo de Trabajo.

Objetivo 4:

Indicadores correspondientes al Objetivo 4:

- 4.1. Elaboración y disponibilidad de la herramienta de análisis de barreras. Se ha elaborado un documento específico como estaba planteado (ver Anexo 8, *Documento de detección de barreras para el alumnado con Discapacidad o Necesidad Específica de Apoyo Educativo*). Se ha realizado también una versión en formato de plantilla, para facilitar su futura adaptación a otros laboratorios del área de ciencias experimentales en la UCM (ver Anexo 9)
- 4.2. Número de alumnos, PDI o PAS con discapacidad o NEE consultados durante el desarrollo de la herramienta: 5
- 4.3. Número de prácticas analizadas empleando la herramienta desarrollada. Como se especifica en el Apartado de Metodología, en el transcurso del proyecto se ha comprobado que prácticamente todas las prácticas del programa comparten una problemática de acceso similar determinada por factores contextuales, por lo que se ha optado por un documento de carácter genérico sin detenerse en el análisis de cada práctica por separado.
- 4.4. Número de alumnos con discapacidad o NEE susceptibles de beneficiarse de la mejora de la accesibilidad: según los datos proporcionados por la OIPD de la UCM, hay 70 estudiantes con discapacidad que cursan estudios en las facultades de Biológicas, Geológicas, Física, Matemáticas, Química, Enfermería, Farmacia, Medicina, Odontología y Veterinaria. En la Facultad de CC Químicas, hay 5 actualmente 5 estudiantes.
- 4.5. Número de programas de prácticas susceptibles de ser analizados en el entorno intra y/o interfacultativo. En la Facultad de CC Químicas se imparten 3 Grados (Química, Bioquímica e Ingeniería Química), con una media de 15-20 asignaturas que incluyen prácticas de laboratorio, así como el Trabajo de Fin de Grado que es de carácter práctico en la mayor parte de los casos. A este número hay que añadir las asignaturas impartidas por el profesorado de Químicas en titulaciones de otras Facultades (Biología, Ciencia y Tecnología de alimentos e Ingeniería de Materiales) y 4 Másteres, lo que suman otras 10 asignaturas impartidas en la UCM con prácticas de Laboratorio asociadas. En el entorno más concreto de otras Facultades de la UCM, sería necesario un análisis más detallado de las Guías Docentes para cuantificarlo

3. Metodología empleada en el proyecto

El trabajo se diseñó en cuatro fases a lo largo del curso, y el seguimiento se realizó mediante reuniones periódicas a lo largo del mismo, especialmente en el último trimestre

FASE 1: Análisis de la situación actual y detección de oportunidades de mejora (Sept.-Diciembre 2017) Responsable: P. Martínez

- Análisis de las encuestas de satisfacción realizadas a estudiantes y profesores en los cursos 2015-16, 2016-17, y 2017-18. Implicados: P. Martínez, B. Lora, S. de la Moya, B. Mayol, A. Pérez.
- Elaboración de una herramienta de análisis de los contenidos impartidos en cada práctica (técnicas, operaciones de laboratorio, reacciones implicadas, etc.) y su relación con las competencias específicas a adquirir por los alumnos. Implicados: S. de la Moya, P. Martínez, B. Lora, L. García
- Aplicación de la herramienta de análisis de contenidos al actual programa de prácticas, con el objetivo de estudiar el grado de adquisición y/o consolidación de las competencias específicas y detectar carencias y oportunidades de mejora. Implicados: S. de la Moya, P. Martínez, B. Lora, L. García.
- Detección de las barreras de accesibilidad existentes actualmente en el laboratorio de prácticas, Implicados: P. Martínez, L. García, B. Mayol, A. Pérez.

FASE 2: Búsqueda de nuevas prácticas y/o adaptación de las ya existentes (Diciembre 2017-Feb. 2018). Responsable: S. de la Moya

- Búsqueda Bibliográfica de nuevas prácticas de Química Orgánica General y selección en función de las fortalezas y carencias detectadas. Implicados: S. de la Moya, P. Martínez, B. Lora.
- Análisis del conjunto de prácticas seleccionadas aplicando las herramientas diseñadas, y elaboración de un listado de prácticas que pueden *a priori* ser implementadas. Implicados: S. de la Moya, P. Martínez, B. Lora, L. García.

FASE 3: Validación del programa propuesto (Feb.-Abr. 2018). Responsable: B. Lora

- Prueba en el laboratorio de las prácticas seleccionadas para comprobar su fiabilidad y su adecuación a las infraestructuras y horarios de prácticas. Implicados: todos los participantes.
- Redacción del Documento de recogida de dificultades y necesidades de adaptación para el alumnado con discapacidad o NEE. Implicados: P. Martínez, L. García, B. Mayol, A. Pérez, estudiantes y personal con discapacidad de la Facultad de CC Químicas y personal de la Oficina para la Inclusión de las Personas con Diversidad (OIPD) de la UCM.

FASE 4 y final (May.-Jun. 2018). Responsable: P. Martínez: Puesta en común de resultados, elaboración de la propuesta de un nuevo programa de prácticas y redacción de la Memoria final del proyecto. El guión propuesto incluye una nota informando a los alumnos con discapacidad o NEE de la existencia de un documento de detección de barreras y solicitud de adaptaciones que será puesto a su disposición a través del Coordinador de prácticas y de la Oficina de Inclusión de personas con Diversidad de la UCM. Implicados: todos los participantes.

4. Recursos humanos

Equipo Docente:

Directora: Paloma Martínez Ruiz, Profesora Titular de Universidad.

Santiago de la Moya Cerero: Catedrático de Universidad.

Beatriz Lora Maroto: Profesora Titular de Universidad.

Como se especificaba en la solicitud, todos los profesores involucrados son especialistas en la impartición de Prácticas de Laboratorio de Química Orgánica y la Coordinación de las mismas, y habían participado anteriormente en varios Proyectos de Innovación Educativa. El reparto de trabajo y el desarrollo de las tareas se ha realizado de acuerdo con la metodología expuesta en el Apartado 3 de la Memoria, siendo responsabilidad de la Directora, como estaba planificado, la elaboración y entrega de Memoria final.

Técnico de Laboratorio:

Laura García Sánchez, Técnico Superior de Laboratorio y responsable del mantenimiento del Laboratorio de Química Orgánica I. Su función en el proyecto ha consistido en el análisis de las barreras de acceso existentes, tanto por lo que respecta a las infraestructuras (medidas y disposición de encimeras, armarios, aparatos y elementos de seguridad, etc) como en lo referente al manejo del material y relación con el entorno que pueda afectar a personas con discapacidades sensoriales, psíquicas o de otra índole. Asimismo, se ha encargado de la organización de las infraestructuras, material y reactivos necesarios para la prueba y validación de las prácticas, y ha participado plenamente de la planificación y desarrollo de las sesiones.

Estudiantes:

Se contaba inicialmente con tres alumnas de Grado y Máster, y finalmente se ha contado con la participación de dos de ellas, Beatriz Mayoral Hornero (Estudiante del Máster de Ciencia y Tecnología Químicas de la UCM en el curso 2017-18), y Ana M^a Pérez Calabuig (Estudiante del Programa de Doctorado de Química Avanzada de la UCM). Ambas han contribuido de forma muy significativa a las tareas programadas, principalmente en las fases de recogida de información, análisis de accesibilidad y pruebas en el laboratorio, por lo que han jugado un papel muy relevante en la consecución de los objetivos marcados en el Proyecto.

Colaboradores externos no incluidos expresamente en la solicitud:

Se ha contado con la participación de varios profesores y alumnos con discapacidad, que han revisado y hecho aportaciones al Documento de Adaptación al alumnado con NEE. El documento final fue consensuado con M^a Antonia Durán Pilo, trabajadora de la Oficina para la Inclusión de las Personas con Diversidad (OIPD), y Esteban Sánchez Moreno, Delegado del Rector para la Diversidad y el Medio Ambiente y responsable de la OIPD, ya que es el primer documento realizado específicamente para adaptar las enseñanzas prácticas de laboratorio al alumnado con discapacidad de la UCM. En estos momentos, el documento se ha enviado a profesores de otros centros donde se imparten asignaturas de carácter práctico para recoger aportaciones.

5. Desarrollo de las actividades

Objetivo 1:

Las encuestas a alumnos y profesores se diseñaron como herramienta de análisis de todo el conjunto de las prácticas, por lo que incluyen aspectos de seguridad, organización e infraestructuras que quedan fuera de este proyecto y no han comentado.

Encuestas a estudiantes (Ver Anexo 1): Se realizaron encuestas en papel, en el transcurso del examen escrito de prácticas, en los cursos 2015-16, 2016-17 y 2017-18, obteniéndose un elevado índice de respuesta. Tomando como ejemplo la última realizada (178 respuestas) se observó que la media de las respuestas de todos los ítems supera los 3.5 puntos sobre 5, y en todos ellos la respuesta que más se repite es 4 ó 5. De esto se concluye que, en general, se muestran satisfechos con las prácticas. Consideran que el programa es adecuado a sus conocimientos previos, tanto teóricos (media 3.9) como prácticos (media 4.1), y que les ha permitido adquirir competencias nuevas (4.4) y consolidar las ya adquiridas (4.3). La puntuación en la adquisición de competencias supera a la valoración dada por los profesores. En cuanto a las prácticas, la mejor valorada con diferencia sobre las otras es la P2 (*Síntesis de dos medicamentos*), y la peor, la P3 (*Síntesis del cloruro de t-butilo*). Estos resultados coinciden básicamente con la valoración de los profesores, aunque su percepción sobre la P1 varía respecto a éstos

Encuestas a profesores (ver Anexo 2): Se realizó un total de 17 encuestas entre los profesores. En la primera parte de la encuesta, los profesores valoran la adquisición de competencias por parte de los alumnos en las prácticas entre un 2.9 y un 4.1 sobre 5, valores inferiores a la valoración que hacen los alumnos. La peor valorada es la específica *Diseñar estrategias y aplicar distintos métodos para la síntesis de estructuras orgánicas sencillas (CE15-MFQO2)*, relacionada con el número de reacciones estudiadas. En cuanto a las prácticas, las que tienen mayor aceptación entre el profesorado son P1 (*Aislamiento y separación de compuestos orgánicos*) y P2 (*Síntesis de dos medicamentos*) y la peor valorada es P3 (*Síntesis de cloruro de t-butilo*). En la segunda parte, se preguntó sobre aspectos concretos que son pueden ser de utilidad en la adquisición de las competencias específicas, y que son valorados como “necesario y suficiente, necesario y no suficiente”, o “no necesario”. Los datos obtenidos se emplearon en la confección de las herramientas de análisis de competencias. Los profesores sugieren incluir preparación de disoluciones y reacciones a reflujo, incidir en el seguimiento de las reacciones e introducir la espectroscopía en las prácticas o antes de estas. También se sugiere introducir más prácticas para cubrir todo el tiempo de la sesión y evitar tiempos muertos.

Objetivo 2:

Se ha diseñado una herramienta para el análisis de posibles prácticas de laboratorio vs. diferentes ítems de aprendizaje en el marco de la asignatura (**Herramienta I**, Anexo 3). Estos ítems de aprendizaje se han dividido en 12 bloques: (1) cálculos; (2) selección y montaje de reactores; (3) seguimiento de reacciones y análisis cualitativo

de mezclas; (4) técnicas de aislamiento; (5) técnicas de purificación; (6) manejo de distintos criterios de pureza, incluida la caracterización espectroscópica por diferentes técnicas; (7) procedimientos de secado de productos orgánicos; (8) técnicas de trabajo en condiciones rigurosamente anhidras; (9) manejo de tres distintos tipos de productos orgánicos, atendiendo a su funcionalización; (10) ejecución de distintos tipos de reacciones orgánicas, atendiendo a su mecanismo; (11) manejo del concepto de control químico, y sus distintos tipos, en reactividad orgánica; (12) manejo de correlaciones estructura-actividad en Química Orgánica.

Teniendo en cuenta las respuestas de los profesores, se ha diseñado también una herramienta para el análisis de competencias de aprendizaje específicas vs. diferentes ítems de aprendizaje en el marco de la misma asignatura (Herramienta II, Anexo 4). Los ítems seleccionados en esta herramienta son los incluidos en los bloques (2), (3), (4), (5), (6), (7) y (8) anteriormente mencionados.

Ambas herramientas consisten en sendas páginas Excel en las que se analizan los distintos ítems de aprendizaje relacionados con cada práctica (Herramienta I) o con cada competencia (Herramienta II), asociando a cada uno de ellos el valor “1”, si el ítem se cumple, o “0” si no se cumple. Esto permite analizar para cada práctica/competencia el número de ítems que cumple frente a un máximo posible, bien por bloques individuales o en su conjunto (57 ítems individuales para el análisis de prácticas y 35 para el de competencias), a través de los correspondientes sumatorios asociados a las diferentes filas y columnas de análisis de dichas páginas Excel (ver Anexos I y II en la Memoria Final impresa).

La Herramienta II ha servido para detectar qué conjunto de ítems barre mejor el aprendizaje de competencias específicas asociado al programa práctico de la asignatura Química Orgánica I), y en consecuencia elaborar la Herramienta I, la cual, al ser aplicada al actual programa de prácticas de la asignatura y a una batería de 25 posibles prácticas alternativas (ver un ejemplo de aplicación en el Anexo 3) ha permitido detectar carencias de aprendizaje y la propuesta de un programa práctico alternativo que solucione dichas carencias (ver Anexo 6).

Objetivo 3:

La búsqueda bibliográfica de las nuevas prácticas se ha llevado a cabo sobre la premisa de conservar las prácticas más valoradas tanto por profesores como por alumnos, y por tanto compensar mediante la implementación de nuevos experimentos las carencias detectadas. De esta forma se analizaron cerca de 200 prácticas procedentes de diversas fuentes bibliográficas (ver Anexo 5), y se llegó a un listado de 25 prácticas que fueron analizadas con la herramienta I, con el fin de obtener una puntuación que determinara su idoneidad y el paso a la fase de prueba en el laboratorio (ver ejemplo en el Anexo 3). También se buscaron alternativas de mejora para algunas de las prácticas ya existentes que pudieran mejorar su puntuación y ajuste de tiempos. De esta forma, se llegó a una propuesta de 8 prácticas, que mejoraban la puntuación del programa al introducir por ejemplo nuevos tipos de reacción (bloques 11 y 12), condiciones de reacción (bloque 2) o técnicas de purificación (bloque 5), entre otros. En la fase 3 del proyecto, se realizaron cerca de treinta reacciones químicas de prueba, incluyendo los procesos de optimización de condiciones. Como resultante, se confeccionó una propuesta de prácticas que supone:

- Conservar tres prácticas: P1 (mejorada con la introducción de cálculos de disoluciones), P2 y P5, y eliminar la P3.

- Modificar P4, con un cambio de condiciones que permite disminuir el tiempo de reacción y el número de sesiones además de introducir la calefacción a reflujo
- Introducir tres prácticas nuevas, Síntesis diastereoespecífica de un epóxido en dos pasos, Síntesis de salicilato de metilo y síntesis de Nylon 66. Estas últimas se fusiona junto a la P2 en una práctica más larga dedicada a la síntesis de medicamentos y polímeros.

Aplicando la Herramienta I, el programa propuesto alcanza una puntuación de 100 puntos frente a los 80 del programa previo, permite un mejor ajuste del tiempo al eliminar varios tiempos muertos, y responde a las posibilidades de adaptación y apoyo que puedan solicitar los estudiantes con discapacidad (ver Anexo 6)

Objetivo 4:

Según la metodología desarrollada por el IMSERSO en la elaboración del Procedimiento para el reconocimiento, declaración y calificación del grado de discapacidad adaptado a la CIF-OMS/2001, la evaluación final de la discapacidad responde a una múltiple evaluación inicial de los problemas por cuatro constructos diferenciados: deficiencia, limitación de la actividad, desempeño de la actividad y factores contextuales.

Puesto que el objetivo marcado en el proyecto no era evaluar el nivel de dificultad de un alumno en términos absolutos y proporcionar una medida numérica, sino detectar las limitaciones o barreras existentes para el desempeño de las actividades propias del laboratorio, el primer paso en el análisis ha sido la elaboración de un listado de actividades básicas que se realizan desde el momento de entrada en las instalaciones. El análisis de estas acciones básicas reflejó que la gran mayoría de ellas, especialmente aquellas afectadas por factores contextuales (acceso a las infraestructuras, disposición del material, desconocimiento del profesorado en materia de discapacidad, etc) son comunes a todas las prácticas del programa, por lo que se reveló innecesario analizar cada práctica por separado. Por otro lado, se detectó que la enumeración exhaustiva de actividades generaba un listado poco manejable, y que muchas de ellas podían agruparse en conceptos comunes más amplios, independientemente del contexto (por ejemplo: actividades prensiles, como concepto que engloba acciones de manejar pipetas, coger un lápiz o sujetar y girar una llave de paso, entre otras).

En la Fase 3, y una vez elaborado un listado inicial de las situaciones y contextos susceptibles de presentar algún tipo de barrera para el alumnado con discapacidad o NEE, se sometió a una valoración inicial por parte del profesores y alumnos con discapacidad, que aconsejaron una reorganización atendiendo al tipo de dificultad o discapacidad presentada, en lugar de una enumeración de tipo “cronológico” siguiendo el guión de las prácticas. Atendiendo a esto, se subdividió el listado en tres bloques (dificultades motóricas, sensoriales y psíquicas/otras dificultades), y se introdujo una descripción inicial de la configuración de las instalaciones, el funcionamiento general y los tipos de adaptaciones que se pueden realizar, todo ello para poner en contexto al alumno y que pueda evaluar las barreras existentes y el nivel de dificultad que puede encontrar antes de entrar al laboratorio. Por último, se introdujo un tercer apartado destinado a la solicitud de adaptación de las pruebas y elementos de evaluación, ya que son específicos del programa de prácticas en un laboratorio y presentan dificultades propias. El documento final fue consensuado con M^a Antonia Durán Pilo, trabajadora de la Oficina para la Inclusión de las Personas con Diversidad (OIPD), y Esteban Sánchez Moreno, Delegado del Rector para la Diversidad y el Medio Ambiente y responsable de la OIPD, ya que es el primer documento realizado específicamente para adaptar las enseñanzas prácticas de laboratorio al alumnado con discapacidad de la UCM. En estos momentos, se está trabajando en una versión más amplia y genérica que pueda enviarse desde la OIPD a todos los centros donde se impartan prácticas de laboratorio (Anexo 9).

6. Anexos

Anexo 1: Resumen de las Encuestas de satisfacción contestadas por parte de los alumnos (tres cursos)

Anexo 2: Resumen de las Encuestas de satisfacción contestadas por parte de los profesores (Curso 2017-18)

Anexo 3: Herramienta I de análisis (ítems de aprendizaje relacionados con cada práctica) aplicada al programa actual, y ejemplo de aplicación a nuevas prácticas

Anexo 4: Herramienta II de análisis (ítems de aprendizaje relacionados con cada competencia)

Anexo 5: Material y Bibliografía consultada, y Listado de Prácticas

Anexo 6: Análisis comparativo del programa actual y la propuesta de mejora final empleando la Herramienta I

Anexo 7: Propuesta de nuevo Guión de Prácticas

Anexo 8: Documento de Solicitud de adaptaciones para el alumnado con Discapacidad o Necesidad Específica de Apoyo Educativo (versión para el laboratorio de Química Orgánica I)

Anexo 9: Documento de Solicitud de adaptaciones para el alumnado con Discapacidad o Necesidad Específica de Apoyo Educativo (plantilla para distribución en la UCM)

ANEXO 1: RESUMEN DE LAS ENCUESTAS A ALUMNOS**(Se incluye la respuesta de los profesores en los ítems coincidentes)**

PREGUNTA	ENCUESTA ALUMNOS 2015-16 (180 respuestas)	ENCUESTA ALUMNOS 2016-17 (205 respuestas)	ENCUESTA ALUMNOS 2017-18 (178 respuestas)	ENCUESTA PROFESORES 2017-18 (17 respuestas)
1. ¿Es el programa adecuado a sus conocimientos prácticos previos?	3,77	3,89	4,11	NP
2. ¿Es el programa adecuado a sus conocimientos teóricos previos?	3,27	3,56	3,85	NP
3. La realización de las prácticas, ¿le ha permitido consolidar sus competencias en QOrg?	4,02	4,2	4,29	NP
4. La realización de las prácticas, ¿le ha permitido adquirir competencias nuevas?	4,29	4,35	4,36	NP
5. ¿Es claro y suficiente el Guión de Prácticas, como para realizar de forma autónoma los experimentos?	3,58	3,81	3,85	NP
6. El examen escrito, ¿es adecuado al programa que se desarrolla?	3,29	3,86	3,6	NP
7. Valore los siguientes aspectos organizativos en relación con el desarrollo del programa de prácticas:				
7.1. El tiempo de duración de cada práctica es suficiente	3,97	4,08	4,11	4,2
7.2. El tiempo de duración total del turno es suficiente.	4,01	4,1	4,17	3,8
7.3. El equipamiento e infraestructuras son adecuados	3,79	3,99	3,99	3,3
7.4. La seguridad es adecuada	4,03	4,31	4,24	3,4
7.5 La información proporcionada en la página web es suficiente	3,79	3,96	4,01	NP
8. Valore la atención personal de su Profesor en el desarrollo de las prácticas	4,24	4,45	4,35	
9. Valore la atención del Técnico de Laboratorio	4,38	4,36	4,44	4,5
10. Valore las siguientes prácticas (1: poco interesante y/o útil, 5 muy interesante y/o útil)				
P1 Separación y purificación de los componentes de una mezcla	NP	4,2	4,19	4,6
P2 Síntesis de dos medicamentos	NP	4,59	4,71	4,6
P3 Síntesis de cloruro de <i>terc</i> - butilo	NP	3,84	3,92	3,6
P4 Nitración de clorobenceno	NP	4,15	4,18	4,2
P5 Transformación de alcanfor e isoborneol	NP	4,26	4,17	4
11. Después de realizar este turno de laboratorio, ¿se ha incrementado su interés por la Química Orgánica?.	3,99	4,34	4,35	NP

ANEXO 2: RESUMEN DE LAS ENCUESTAS A PROFESORES

Parte 1: Valoración de competencias y organización

<i>PREGUNTA</i>	<i>RESPUESTA Media</i>
Valore en qué medida se trabaja la adquisición de cada una de las siguientes competencias generales en las prácticas (1: nada, 5: mucho):	
CG6-MF1 Analizar y resolver problemas cualitativos y cuantitativos.	3,3
CG9-MF1 Demostrar conocimientos sobre materiales de laboratorio y habilidades prácticas.	4,1
CG10-MF2 Reconocer y valorar los riesgos en el uso de sustancias químicas y procedimientos de laboratorio.	3,9
CG11-MF1 Manejar instrumentación química estándar.	4,4
CG11-MF2 Desarrollar la capacidad de aplicar las técnicas de caracterización de las especies químicas.	3,1
CG12-MF1 Interpretar datos procedentes de observaciones y medidas en el laboratorio.	3,9
CG13-MF1 Reconocer e implementar buenas prácticas científicas de medida y experimentación.	3,9
Valore en qué medida se trabaja la adquisición de cada una de las siguientes competencias específicas en las prácticas (1: nada, 5: mucho):	
CE1-MFQO1 Dominar el lenguaje básico de la Química Orgánica.	3,8
CE14-MFQO1 Relacionar y reconocer la estructura y la reactividad de los grupos funcionales de los compuestos orgánicos.	3,9
CE14-MFQO2 Interpretar datos experimentales de los compuestos orgánicos (físicos, espectroscópicos y espectrométricos) y aplicarlo al análisis estructural.	3,4

CE15-MFQO1 Interpretar datos experimentales de la reactividad de los compuestos orgánicos y de la selectividad de las reacciones orgánicas.	3,7
CE15-MFQO2 Diseñar estrategias y aplicar distintos métodos para la síntesis de estructuras orgánicas sencillas.	2,9
CE16-MFQO1 Aplicar protocolos experimentales de síntesis, aislamiento, purificación y elucidación estructural a nuevos compuestos orgánicos.	4,0
Valore en qué medida se trabaja la adquisición de cada una de las siguientes competencias transversales en las prácticas (1: nada, 5: mucho):	
CT1-MF1 Elaborar y escribir informes de carácter científico y técnico.	3,6
CT2-MF1 Cooperar con otros estudiantes mediante el trabajo en equipo.	3,7
CT3-MF1 Aplicar el razonamiento crítico y autocrítico.	3,3
CT5-MF1 Utilizar información química y bibliografía.	3,0
CT11-MF1 Desarrollar el aprendizaje autónomo.	3,4
CT12-MF2 Desarrollar la sensibilidad por temas medioambientales.	3,2
Valore en qué medida se alcanzan los siguientes resultados de aprendizaje en las prácticas (1: nada, 5: mucho):	
12. Relacionar la estructura molecular con el comportamiento químico de las sustancias orgánicas.	3,5
24. Reconocer los datos analíticos y espectroscópicos de las moléculas orgánicas y aplicarlos a su determinación estructural.	3,2
26. Realizar correctamente procedimientos experimentales para el aislamiento y purificación de sustancias orgánicas.	4,4
27. Aplicar las técnicas experimentales de síntesis orgánica en la obtención de compuestos orgánicos sencillos.	4,2
Valore los siguientes aspectos organizativos en relación con el desarrollo del programa de prácticas:	
El tiempo de duración de cada práctica es suficiente	4,2
El tiempo de duración total del turno es suficiente.	3,8
El equipamiento e infraestructuras son adecuados.	3,3
La seguridad es adecuada.	3,4

Valore la atención del Técnico de Laboratorio.	4,5
Valore las siguientes prácticas (1: poco formativa, 5 muy formativa)	
P1: Separación y purificación de los componentes de una mezcla.	4,6
P2: Síntesis de dos medicamentos.	4,6
P3: Síntesis de cloruro de <i>terc</i> -butilo.	3,6
P4: Nitración de clorobenceno.	4,2
P5: Transformación de alcanfor e isoborneol.	4,0

Parte 2: Técnicas y aspectos prácticos trabajados

PREGUNTA	RESPUESTA	
	Moda	Propuestas de mejora
1. Cálculos:		<p>Debería incidirse en las proporciones estequiométricas y la relación molar de cada reactivo</p> <p>Incluir ejemplos de ajuste de estequiometría y cálculo de rendimientos en el seminario de problemas de la parte teórica, para que los estudiantes le den la importancia que merece a hacer bien estos cálculos.</p>
1.1. Estequiometría y rendimiento químico	Necesario y suficiente	
1.2. Concentraciones de disoluciones	Necesario y suficiente	
2. Montajes de reacción		<p>Modificación / sustitución de alguna práctica</p> <p>Falta reacción a reflujo. No se trabaja atmósfera inerte, pero creo que no es necesario en este curso.</p> <p>SE DEBERÍA UTILIZAR LA LINEA DE ARGON EN LUGAR DE LOS GLOBOS PARA ATMOSFERA INERTE</p> <p>REALIZAR ALGÚN REFLUJO</p>
2.1. Adición controlada	Necesario y suficiente	
2.2. Reacciones a temperatura controlada (reflujo o baja temperatura)	Necesario y suficiente	
2.3. Reacciones en atmósfera controlada (prevención de agua, atmósfera inerte)	Necesario pero insuficiente	

3. Seguimiento de reacciones:		Introducir seguimiento por CCF, por ejemplo, en nitración.
		SE DEBERÍA REALIZAR CCF PARA COMPROBAR EL AVANCE DE LA REACCION ANTES DE PARARLA
		Podría incluirse un breve anexo de espectroscopía, o dar lo seminarios en el primer cuatrimestre para poder incluir la caracterización por espectroscopía
		¿Seguimiento por CCF de la reacción de nitración?
		Especificar en el guión en qué prácticas han de realizar análisis por RMN / FTIR y calcular / añadir el tiempo que sea necesario en la práctica. La nitración del clorobenceno es un buen ejemplo para ver resultados por RMN.
3.1. Por Cromatografía en capa fina (CCF)	Necesario y suficiente	
3.2. Por Técnicas espectroscópicas	Necesario pero insuficiente	
4. Aislamiento de compuestos orgánicos:		
4.1. Extracción líquido-líquido	Necesario y suficiente	
4.2. Empleo de desecantes	Necesario y suficiente	
4.3. Filtración a presión reducida (Büchner o placa filtrante+ Kitasato).	Necesario y suficiente	
4.4. Evaporación de disolvente en rotavapor	Necesario y suficiente	
5. Purificación:		Modificación / sustitución de alguna práctica
		Destilación a vacío solo ven si se hace en P1. Arrastre de vapor debería verse en primer curso. La cromatografia de elución podría cambiarse por otra que salga.
		SE DEBERIAN INCLUIR AL MENOS DOS RECRISTALIZACIONES EN MEZCLA DE DISOLVENTES, SIN INDICAR PREVIAMENTE SU PROPORCION.
		SE DEBERIAN REALIZAR AL MENOS DOS CROMATOGRAFIAS DE ELUCION, INCLUYENDO LAS PRUEBAS DE CCF PARA DECIDIR LA MEZCLA DE DISOLVENTES A UTILIZAR COMO ELUYENTE.
		En algún momento deberían ver la destilación por arrastre de vapor, quizás en primero
5.1. Recristalización::		
• Recristalización en un disolvente	Necesario y suficiente	
• Recristalización en mezcla de disolventes	Necesario pero insuficiente	
5.2. Destilación		

• Destilación a presión atmosférica (simple o fraccionada)	Necesario y suficiente	
• Destilación a vacío (simple o fraccionada)	Necesario y suficiente	
• Destilación por arrastre de vapor	No necesario	
5.3. Sublimación	Necesario y suficiente	
5.4. Cromatografía de elución	Necesario y suficiente	
6. Criterio de pureza / caracterización:		¿Podrían tener el seminario antes de las prácticas?
		Ver apartado 3.
6.1. Punto de fusión o ebullición	Necesario y suficiente	
6.2. Cromatografía en capa fina (CCF)	Necesario y suficiente	
6.3. Rotación óptica	No necesario	
6.4. Técnicas espectroscópicas: RMN, IR, MS, UV-Vis	Necesario y suficiente	

Parte 3: Conceptos teóricos trabajados

PREGUNTA	RESPUESTA	
	Moda	Propuestas de mejora
Tipo de reacción:		reacciones. LAS REACCIONES INDICADAS COMO "NO NECESARIO" SE INCLUYEN EN LAS PRACTICAS DE QOII
Sustitución nucleófila	Necesario y suficiente	
Adición electrófila	Necesario pero insuficiente	
Adición nucleófila	Necesario y suficiente	
Eliminación	Necesario y suficiente	
Ácido-base	Necesario y suficiente	
Red-ox	Necesario y suficiente	
Cicloadiciones	No necesario	
Control químico:		
Quimiocontrol	Necesario y suficiente	
Regiocontrol	Necesario y suficiente	

Estéreocontrol	Necesario y suficiente	
Correlaciones estructurales:		Ampliar el trabajo sobre estas cuestiones (p.e. a través de cuestiones relacionadas con estos temas en la prácticas
		LA CORRELACION ESTRUCTURA-PROPIEDADES FISICAS SE INCLUYE EN LAS PRACTICAS DE QOII
Estructura-reactividad	Necesario y suficiente	
Estructura-propiedades físicas	Necesario pero insuficiente	
Matizaciones y valoraciones generales		
AUNQUE SE DISPONGA DE LOS PROCEDIMIENTOS EXPERIMENTALES OPTIMIZADOS EN EL GUION, SE DEBERIA ENSEÑAR A "INVESTIGAR" POR CCF LOS TIEMPOS DE REACCION Y LAS CONDICIONES DE		
Hay muchos tiempos muertos, debería optimizarse el programa e intentar introducir alguna práctica más		
gases, las antiguas a penas funcionan. Obligar a los alumnos a conocer adecuadamente peligrosidad y propiedades de los reactivos antes de su uso.		

ANEXO 3: HERRAMIENTA I (ANÁLISIS DEL PROGRAMA ACTUAL Y EJEMPLOS NUEVAS PRÁCTICA/

Programa actual			MAX. 2	MAX. 5					
Item analizado	Cálculos			Reactor (montajes)					
	Estequiometría y Rendimiento químico	Concentraciones de disoluc.		Adición controlada	Reflujo	Baja temperatura	Prevención H ₂ O	Atmósfera inerte	
Práctica									
Separación y purificación de los componentes de una mezcla	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Síntesis de dos medicamentos / Análisis de mezclas de medicamentos	1	0	1	0	0	0	0	0	0
Síntesis de cloruro de terc-butilo / Reactividad de alcoholes con HCl	1	0	1	1	0	0	0	0	1
Nitración de clorobenceno	1	0	1	1	0	0	0	0	1
Síntesis de alcanfor e isoborneol	1	0	1	1	0	1	1	0	3
FILA de ANÁLISIS			5	0	1	3	1	1	0

Ejemplo de aplicación de herramienta a 5 prácticas propuestas (de un total de 25 analizadas)

Item analizado	Cálculos			Reactor (montajes)					
	Estequiometría y Rendimiento químico	Concentraciones de disoluc.		Adición controlada	Reflujo	Baja temperatura	Prevención H ₂ O	Atmósfera inerte	
Práctica									
1 Síntesis de anhídrido 4-ciclohexeno-1,2-dicarboxílico....	1	0	1	0	1	0	0	0	1
2 Síntesis diastereoespecífica de un epóxido....	1	0	1	0	0	0	0	0	0
3 Síntesis de salicilato de metilo	1	0	1	0	1	0	0	0	1
4 Síntesis de acetato de isopentilo	1	0	1	0	1	0	0	0	1
5 Síntesis de 4-bromoacetofenona	1	0	1	1	0	1	1	0	3
6 Aislamiento de eugenol del clavo	0	0	0	0	0	0	0	0	0
FILA de ANÁLISIS	4	0		3	0	1	1	0	

MAX. 2

MAX. 5

Seguimiento / análisis cualitativo			Aislamiento								
CCF / reveladores	Espectroscópico		Extracción S/L	Extracción L/L	Extracción L/L acoplada a ácido / base	Filtrado	Eliminación disolvente (rotavapor)		Recristalización en un dis.	Recristalización en mezcla de dis.	Destilación Patm
0	0	0	0	1	1	1	1	4	1	1	1
1	0	1	1	0	0	1	0	2	1	1	0
0	0	0	0	1	0	0	0	1	0	0	1
1	0	1	0	1	0	0	1	2	0	0	0
0	0	0	0	1	0	1	1	3	0	0	0
3	0		0	4	2	6	5		1	1	1

Seguimiento / análisis cualitativo			Aislamiento								
CCF / reveladores	Espectroscópico		Extracción S/L	Extracción L/L	Extracción L/L acoplada a ácido / base	Filtrado	Eliminación disolvente (rotavapor)		Recristalización en un dis.	Recristalización en mezcla de dis.	Destilación Patm
0	0	0	0	0	0	1	0	1	0	1	0
1	0	1	0	0	0	1	1	2	1	0	0
1	0	1	0	1	1	1	1	4	0	0	0
0	0	0	0	1	1	1	1	4	0	0	1
1	0	1	0	1	0	1	1	3	0	0	0
0	0	0	0	1	0	1	1	3	0	0	0
2	0		1	4	1	3	3		2	2	2

MAX. 8

MAX. 10

Purificación						Criterio de pureza / caracterización										Secado		
Destilación a vacío	Destilación fraccionada	Destilación arrastré vapor	Sublimación	Cromatografía de elución		P.f.	P.eb.	CCF	CG	HPLC	[α]	IR	RMN	EM	UV-Vis	Secado reversible	Secado irreversible	Desecadores a vacío
1	0	0	1	0	5	1	1	0	0	0	0	0	0	0	2	1	1	0
0	0	0	0	0	2	0	1	1	0	0	0	0	0	0	2	0	0	0
0	0	0	0	0	1	0	1	0	0	0	0	0	0	0	1	0	1	0
0	0	0	0	1	1	1	0	1	0	0	0	0	0	0	2	1	0	0
0	0	0	1	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1	0	0
1	0	1	0	1		3	2	4	0	0	0	0	0	0		5	0	0

Purificación						Criterio de pureza / caracterización										Secado			
Destilación a vacío	Destilación fraccionada	Destilación arrastre vapor	Sublimación	Cromatografía de elución		P.f.	P.eb.	CCF	CG	HPLC	[α]	IR	RMN	EM	UV-Vis		Secado reversible	Secado irreversible	Desecadores a vacío
0	0	0	0	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0
0	0	0	0	0	1	1	0	1	0	0	0	0	0	0	0	2	1	0	0
1	0	0	0	0	1	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0	2	1	0	0
0	0	0	0	0	1	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1	0	0
0	0	0	0	1	1	1	0	1	0	0	0	0	0	0	0	2	1	0	0
0	0	1	0	0	1	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	1	1	0	0
1	0	0	2	1		3	3	2	0	0	0	0	0	0	0		3	2	0

MAX. 3

MAX. 3

MAX. 3

2 0 1 1 1	Trabajo en condiciones rigurosamente anhidras				Grupos funcionales				Tipo de re				
	Disolventes rigurosamente anhidros	Trasvase de sustancias en condiciones anhidras	Destilación en atmosfera inerte		Hidrocarburos	C-heteroátomo	C=heteroátomo		SN	E	AdE	AdN	SEAr
	0	0	0	0	1	1	1	3	0	0	0	0	0
	0	0	0	0	0	0	1	1	0	0	0	0	0
	0	0	0	0	0	1	0	1	1	1	0	0	0
	0	0	0	0	1	0	0	1	1	0	0	0	1
	0	0	0	0	0	1	1	2	0	0	0	1	0
	0	0	0	0	2	4	3		1	0	1	0	1

	Trabajo en condiciones rigurosamente anhidras				Grupos funcionales				Tipo de re				
	Disolventes rigurosamente anhidros	Trasvase de sustancias en condiciones anhidras	Destilación en atmosfera inerte		Hidrocarburos	C-heteroátomo	C=heteroátomo		SN	E	AdE	AdN	SEAr
0	0	0	0	0	1	0	0	1	0	0	0	0	0
1	0	0	0	0	0	1	0	1	1	0	1	0	0
1	0	0	0	0	0	1	1	2	0	0	0	0	0
1	0	0	0	0	0	1	1	2	0	0	0	0	0
1	0	0	0	0	1	0	1	2	0	0	0	0	1
1	0	0	0	0	0	1	0	1	0	0	0	0	0
	0	0	0	0	2	3	3		2	1	0	1	1

MAX. 9					MAX. 5					MAX. 2		MAX. 57			
acción					Control químico					Correlaciones estructurales		MAX. 5			
AdN+E	cicloadic	Ac-Base	Red-Ox		Quimio	Regio	Estereo	Especificad	Selectividad		Estructura-reactividad		Estructura-propiedades físicas		
0	0	1	0	1	0	0	0	0	0	0	1		1	2	19
1	0	1	0	2	1	0	0	0	1	2	1		1	2	15
0	0	1	0	3	0	0	0	0	0	0	1		0	1	11
0	0	1	0	3	0	1	0	0	1	2	0		1	1	16
0	0	1	1	3	0	0	1	0	1	2	1		1	2	19
2		2	0		0	1	2	2	1		2	0			

acción					Control químico					Correlaciones estructurales				
AdN+E	cicload	Ac-Base	Red-Ox		Quimio	Regio	Estereo	Especificad	Selectividad		Estructura-reactividad	Estructura-propiedades físicas		
0	1	0	0	1	0	0	1	1	0	2	0	0	0	9
0	0	0	0	2	0	0	1	1	0	2	0	0	0	13
1	0	1	0	2	0	0	0	0	0	0	1	0	1	16
1	0	1	0	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	13
0	0	0	0	1	0	1	0	0	1	2	1	0	1	18
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	7
1	0	5	1		1	1	1	0	3		4	4		MAX. 6

ANEXO 4: HERRAMIENTA II (ANÁLISIS DE COMPETENCIAS VS TÉCNICAS)

Item analizado	MAX. 5						MAX. 2		
	Reactor (montajes)					Seguimiento / análisis cualitativo	Aislamiento		
	Adición controlada	Reflujo	Baja temp.	Prevención H ₂ O	Atmósfera inerte		Extracción S/L	Extracción L/L	Extracción L/L acoplada a ácido / base
Competencia									
CE14-MFQO1	0	0	0	0	0	0	1	0	0
CE14-MFQO2	0	0	0	0	0	0	1	1	0
CE15-MFQO1	1	1	1	1	1	1	0	0	1
CE15-MFQO2	1	1	1	1	1	0	0	0	0
CE16-MFQO1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
FILA de ANÁLISIS	3	3	3	3	3	4	2	1	1

*Decidir. Se podría mejorar en el gui3n en la primera pr3c.

Decidir*

CE1-MFQO1	Dominar el lenguaje b3sico de la Qu3mica Org3nica.	Transversalmente en (casi) todas items.
CE14-MFQO1	Relacionar y reconocer la estructura y la reactividad de los grupos funcionales de los compuestos org3nicos.	
CE14-MFQO2	Interpretar datos experimentales de los compuestos org3nicos (f3sicos, espectrosc3picos y espectrom3tricos) y aplicarlo al an3lisis estructural.	
CE15-MFQO1	Interpretar datos experimentales de la reactividad de los compuestos org3nicos y de la selectividad de las reacciones org3nicas.	
CE15-MFQO2	Dise1ar estrategias y aplicar distintos m3todos para la s3ntesis de estructuras org3nicas sencillas.	
CE16-MFQO1	Aplicar protocolos experimentales de s3ntesis, aislamiento, purificaci3n y elucidaci3n estructural a nuevos compuestos org3nicos.	

MAX. 5

MAX. 8

			Purificación										Criterio de pu		
Filtrado	Eliminación disolvente (rotavapor)		Recristalización en un disolvente	Recristalización en mezcla de disolventes	Destilación a Patm	Destilación a vacío	Destilación fraccionada	Destilación por arrastre de vapor	Cromatografía de elución	Sublimación		P.f.	P.eb.	CCF	
0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1	1	
0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
1	1	5	1	1	1	1	1	1	1	1	8	1	1	1	
1	1		1	1	1	1	1	1	1	1		2	2	2	

MAX. 7					MAX. 3				MAX. 3			TOTAL MAX. 35
Pureza / caracterización					Secado				Trabajo en condiciones rigurosamente anhidras			
IR	RMN	EM	UV-Vis		Secado reversible	Secado irreversible	Desecadores a vacío		Disolventes rigurosamente anhidros	Trasvase de sustancias en condiciones	Destilación en atmósfera inerte	
0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1	1	
1	1	1	1	5	0	0	0	0	0	0	0	
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1	1	
1	1	1	1	5	1	1	1	3	1	1	1	
2	2	2	2		1	1	1		3	3	3	MAX. 5

ANEXO 5: Material y Bibliografía consultada, y Listado de Prácticas

FUENTES DE DOCUMENTACIÓN:

Material de otras Universidades

LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA I, Departamento de Química Orgánica, Universidad De Valencia

MANUAL PRÁCTICAS DE LABORATORIO II DE QUÍMICA ORGÁNICA, Escuela de Química, Facultad de Ciencias, Universidad Industrial de Santander (Colombia)

PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA I, Grado en Química por la Universidad de Santiago de Compostela

EXPERIMENTS IN ORGANIC CHEMISTRY: A CHALLENGE ORIENTED APPROACH. Steven Murov, Free downloadable lab book for the college level organic chemistry course.

PROGRAMA EXPERIMENTAL DEL CURSO DE QUIMICA ORGANICA III, Universidad de Chile, Facultad de Ciencias, Departamento de Química.

Publicaciones científicas del área docente:

THE JOURNAL OF CHEMICAL EDUCATION (American Chemical Society, <https://pubs.acs.org/journal/jceda8>)

Bibliografía especializada:

D.L. Pavia, G.M. Lampman, G.S. Kriz Jr., "Química Orgánica Experimental". Eunibar, Barcelona, 1978.

C.F. Wilcox Jr., "Experimental Organic Chemistry. A Small-scale Approach". MacMillan Publishing Company, New York, 1988

K.L. Williamson, "Macroscale and Microscale Organic Experiments", D.C. Heath & Co, Lexington, Massachusetts, 1989.; Houghton Mifflin Co., New York, 1999

R.Q. Brewster, C.A. VanderWerf, W.E. McEwen, "Curso Práctico de Química Orgánica", Alhambra, Madrid, 1982.

H.D. Durst, G.W. Gokel, "Química Orgánica Experimental", Ed. Reverté, Barcelona, 1985

M. J. Rodríguez Yunta, , F. Gómez Contreras: "Curso experimental en Química Orgánica", Editorial Síntesis, 2008. ISBN: 978-84-975655-9-2.

J. C. Gilbert, S. F. Martin: "Experimental Organic Chemistry: A Miniscale and Microscale Approach", 3rd Ed. ISBN 0-03-034048-9, Brooks/Cole, Thomson Learning, USA, 2002.

P. B. Cranwell; L. M. Harwood; C. J. Moody: "Experimental Organic **Chemistry**". 3rd Edition on-line. Print ISBN: 9781119952398, 1119952395, eText ISBN: 9781118683804, 1118683803. Wiley-Blackwell, 2016.

LISTADO DE PRÁCTICAS DE LABORATORIO

Listado de prácticas elegidas en la Fase 2:

- 1.- Síntesis diastereoespecífica de un epóxido por formación de bromohidrina y S_N intramolecular.
- 2.- Policondensaciones: síntesis de una poliamida o nylon.
- 3.- Reacción de esterificación de Fischer: síntesis de salicilato de metilo.
- 4.- Reacción de 1-hexino con ácido bromhídrico: síntesis de 2-bromohexano.
- 5.- Síntesis del ciclohexeno a partir de la deshidratación del ciclohexanol: una típica reacción de eliminación E1.
- 6.- Síntesis de anhídrido 4-ciclohexeno-1,2-dicarboxílico mediante reacción de Diels-Alder.
- 7.- Síntesis de 4-bromoacetofenona por reacción de acilación Friedel-Crafts.
- 8.- Alquilación de Friedel-Crafts: obtención de *p*-terbutilfenol en dos pasos.
- 9.- Reacción de esterificación de Fischer: síntesis del acetato de isopentilo.
- 10.- Alquilación de Friedel-Crafts de fenol.
- 11.- Obtención de *p*-tercbutilfenil metil éter por reacción de alquilación de Friedel-Crafts .
- 12.- Obtención de fenolftaleína.
- 12.- Síntesis de 2,4-dinitrofenil hidrazina y 2,4-dinitrofenil anilina.
- 13.- Síntesis de williamson de éteres: síntesis del 2-butoxinaftaleno.
- 14.- Obtención de la *N*-cinamil-3-nitroanilina vía reacción de condensación entre cinamaldehído y 3-nitroanilina con posterior reducción.
- 15.- Síntesis de clorobenceno por reacción de Sandmayer.
- 16.- Nitración del clorobenceno y bromobenceno en diclorometano a reflujo.
- 17.- Nitración benzoato de metilo.
- 18.- Quimioselectividad en la reducción de 3-nitroacetofenona.
- 19.- Oxidación de mentol a mentona empleando ácido crómico.
- 20.- Reacción de 1-hexino con ácido bromhídrico: síntesis de 2-bromohexano.
- 21.- Destilación por arrastre de vapor: aislamiento de eugenol del clavo.
- 22.- Reacción de Cannizzaro del 4-clorobenzaldehído.
- 23.- Síntesis del bromuro de *n*-butilo por reacción S_N1 .
- 24.- Bromación de (*E*)-estilbeno
- 25.- Síntesis por pasos de Sulfanilamida

Listado de prácticas ensayadas en la Fase 3:

Síntesis del 1 al 8, con variaciones en las condiciones de reacción

Síntesis 16: se ensaya para la optimización de la práctica 4, con diferentes condiciones de reacción.

Programa de prácticas anterior:

P1 – SEPARACIÓN Y PURIFICACIÓN DE LOS COMPONENTES DE UNA MEZCLA

P2 – SÍNTESIS DE MEDICAMENTOS Y POLÍMEROS

P3 – SÍNTESIS DE CLORURO DE TERC-BUTILO

P4 –NITRACIÓN DEL CLOROBENCENO (EN MEDIO ACUOSO)

P5 – SÍNTESIS DE ALCANFOR E ISOBORNEOL

Puntuación: 80 Puntos

Programa de prácticas propuesto:

P1 – SEPARACIÓN Y PURIFICACIÓN DE LOS COMPONENTES DE UNA MEZCLA

P2 – REACCIONES DE *N*- Y *O*-ACILACIÓN: SÍNTESIS DE MEDICAMENTOS Y POLÍMEROS

P3– SÍNTESIS DE SALICILATO DE METILO

P4 – NITRACIÓN DEL CLOROBENCENO (EN DICLOROMETANO A REFLUJO)

P5 – SÍNTESIS DE ALCANFOR E ISOBORNEOL

P6 – SÍNTESIS DIASTEREOESPECÍFICA DE UN EPÓXIDO

Puntuación: 100 Puntos

ANEXO 6: HERRAMIENTA I (COMPARATIVA PROGRAMA ACTUAL VS. PROPUESTA)

Programa actual			MAX. 2	MAX. 5				
Item analizado	Cálculos			Reactor (montajes)				
	Estequiometría y Rendimiento químico	Concentraciones de disoluc.		Adición controlada	Reflujo	Baja temperatura	Prevención H ₂ O	Atmósfera inerte
Práctica								
Separación y purificación de los componentes de una mezcla	0	0	0	0	0	0	0	0
Síntesis de dos medicamentos / Análisis de mezclas de medicamentos	1	0	1	0	0	0	0	0
Síntesis de cloruro de terc-butilo / Reactividad de alcoholes con HCl	1	0	1	1	0	0	0	0
Nitración de clorobenceno	1	0	1	1	0	0	0	0
Síntesis de alcanfor e isoborneol	1	0	1	1	0	1	1	0
FILA de ANÁLISIS	5	1		2	2	1	1	0

Programa propuesto			MAX. 2	MAX. 5				
Item analizado	Cálculos			Reactor (montajes)				
	Estequiometría y Rendimiento químico	Concentraciones de disoluc.		Adición controlada	Reflujo	Baja temperatura	Prevención H ₂ O	Atmósfera inerte
Práctica								
Separación y purificación de los componentes de una mezcla (modificada)	0	1	1	0	0	0	0	0
N y O-acilación: Síntesis y análisis de medicamentos y polímeros	1	0	1	0	0	0	0	0
Síntesis de salicilato de metilo	1	0	1	0	1	0	0	0
Nitración de clorobenceno (modificada)	1	0	1	1	1	0	0	0
Síntesis diastereoespecífica de un epóxido	1	0	1	0	0	0	0	0
Síntesis de alcanfor e isoborneol	1	0	1	1	0	1	1	0
FILA de ANÁLISIS	4	0		3	0	1	1	0

MAX. 2

MAX. 5

Seguimiento / análisis cualitativo			Aislamiento								
CCF / reveladores	Espectroscópico		Extracción S/L	Extracción L/L	Extracción L/L acoplada a ácido / base	Filtrado	Eliminación disolvente (rotavapor)		Recristalización en un dis.	Recristalización en mezcla de dis.	Destilación Patm
0	0	0	0	1	1	1	1	4	1	1	1
1	0	1	1	0	0	1	0	2	1	1	0
0	0	0	0	1	0	0	0	1	0	0	1
1	0	1	0	1	0	0	1	2	0	0	0
0	0	0	0	1	0	1	1	3	0	0	0
4	0		1	4	2	5	5		3	2	1

Seguimiento / análisis cualitativo			Aislamiento								
CCF / reveladores	Espectroscópico		Extracción S/L	Extracción L/L	Extracción L/L acoplada a ácido / base	Filtrado	Eliminación disolvente (rotavapor)		Recristalización en un dis.	Recristalización en mezcla de dis.	Destilación Patm
0	0	0	0	1	1	1	1	4	1	1	1
1	0	1	1	0	0	1	0	2	1	1	0
1	0	1	0	1	1	1	1	4	0	0	0
1	0	1	0	1	0	0	1	2	0	0	0
1	0	1	0	0	0	1	1	2	1	0	0
0	0	0	0	1	0	1	1	3	0	0	0
2	0		1	4	1	3	3		2	2	2

MAX. 8

MAX. 10

Purificación						Criterio de pureza / caracterización										Secado		
Destilación a vacío	Destilación fraccionada	Destilación arrastre vapor	Sublimación	Cromatografía de elución		P.f.	P.eb.	CCF	CG	HPLC	[α]	IR	RMN	EM	UV-Vis	Secado reversible	Secado irreversible	Desecadores a vacío
1	0	0	1	0	5	1	1	0	0	0	0	0	0	0	2	1	1	0
0	0	0	0	0	2	0	1	1	0	0	0	0	0	0	2	0	0	0
0	0	0	0	0	1	0	1	0	0	0	0	0	0	0	1	0	1	0
0	0	0	0	1	1	1	0	1	0	0	0	0	0	0	2	1	0	0
0	0	0	1	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1	0	0
2	0	0	2	1		4	3	4	0	0	0	0	0	0		5	1	0

Purificación						Criterio de pureza / caracterización										Secado			
Destilación a vacío	Destilación fraccionada	Destilación arrastre vapor	Sublimación	Cromatografía de elución		P.f.	P.eb.	CCF	CG	HPLC	[α]	IR	RMN	EM	UV-Vis		Secado reversible	Secado irreversible	Desecadores a vacío
1	0	0	1	0	5	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	2	1	1	0
0	0	0	0	0	2	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0	2	0	0	0
1	0	0	0	0	1	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0	2	1	0	0
0	0	0	0	1	1	1	0	1	0	0	0	0	0	0	0	2	1	0	0
0	0	0	0	0	1	1	0	1	0	0	0	0	0	0	0	2	1	0	0
0	0	0	1	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1	0	0
1	0	0	2	1		3	3	2	0	0	0	0	0	0	0		3	2	0

MAX. 3

MAX. 3

MAX. 3

	Trabajo en condiciones rigurosamente anhidras				Grupos funcionales				Tipo de re				
	Disolventes rigurosamente anhidros	Trasvase de sustancias en condiciones anhidras	Destilación en atmosfera inerte		Hidrocarburos	C-heteroátomo	C=heteroátomo		SN	E	AdE	AdN	SEAr
	0	0	0	0	1	1	1	3	0	0	0	0	0
	0	0	0	0	0	0	1	1	0	0	0	0	0
	1	0	0	0	0	1	0	1	1	1	0	0	0
	1	0	0	0	1	0	0	1	1	0	0	0	1
	1	0	0	0	0	1	1	2	0	0	0	1	0
	0	0	0		2	4	4		2	0	1	1	1

	Trabajo en condiciones rigurosamente anhidras				Grupos funcionales				Tipo de re					
	Disolventes rigurosamente anhidros	Trasvase de sustancias en condiciones anhidras	Destilación en atmosfera inerte		Hidrocarburos	C-heteroátomo	C=heteroátomo		SN	E	AdE	AdN	SEAr	
	2	0	0	0	0	1	1	1	3	0	0	0	0	0
	0	0	0	0	0	0	0	1	1	0	0	0	0	0
	1	0	0	0	0	0	1	1	2	0	0	0	0	0
	1	0	0	0	0	1	0	0	1	1	0	0	0	1
	1	0	0	0	0	0	1	0	1	1	0	1	0	0
1	0	0	0	0	0	1	1	2	0	0	0	1	0	
	0	0	0	0	2	3	3		2	1	0	1	1	

MAX. 9					MAX. 5					MAX. 2		MAX. 57		
acción					Control químico					Correlaciones estructurales				
AdN+E	cicloadic	Ac-Base	Red-Ox		Quimio	Regio	Estereo	Especificad	Selectividad		Estructura-reactividad	Estructura-propiedades físicas		
0	0	1	0	1	0	0	0	0	0	0	1	1	2	19
1	0	1	0	2	1	0	0	0	1	2	1	1	2	15
0	0	1	0	3	0	0	0	0	0	0	1	0	1	11
0	0	1	0	3	0	1	0	0	1	2	0	1	1	16
0	0	1	1	3	0	0	1	0	1	2	1	1	2	19
2		5	1		1	1	2	1	3		4	4		80

acción					Control químico						Correlaciones estructurales			20 15 16 17 13 19 100
AdN+E	cicload	Ac-Base	Red-Ox		Quimio	Regio	Estereo	Especificad	Selectividad		Estructura-reactividad	Estructura-propiedades físicas		
0	0	1	0	1	0	0	0	0	0	0	1	1	2	
1	0	1	0	2	1	0	0	0	1	2	1	1	2	
1	0	1	0	2	0	0	0	0	0	0	1	0	1	
0	0	1	0	3	0	1	0	0	1	2	0	1	1	
0	0	0	0	2	0	0	1	1	0	2	0	0	0	
0	0	1	1	3	0	0	1	0	1	2	1	1	2	
1	0	5	1		1	1	1	0	3		4	4		



Universidad Complutense de Madrid
Departamento de Química Orgánica I
Facultad de Ciencias Químicas
Ciudad Universitaria s/n, 28040 Madrid

PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA I

Propuesta para el curso 2018-2019

NOTA:

Las modificaciones propuestas como resultado del Proyecto de Innovación Educativa se incluyen en color azul

**CURSO 2º
GRADO EN QUÍMICA**

NOTA PREVIA

Los alumnos han realizado ya las prácticas de *OPERACIONES BÁSICAS DE LABORATORIO* (O.B.L.) (Curso 1º) y, por tanto, conocen las siguientes técnicas:

- Destilación sencilla, fraccionada y a vacío.
- Cristalización y sublimación.
- Extracción sencilla y múltiple. Extracción ácido-base. Secado y desecantes.
- Técnicas cromatográficas en capa fina y en columna.
- Calefacción con reflujo de disolvente.

El alumno dispone de diferentes videos editados por el Departamento de Química Orgánica para la revisión personal de las diferentes técnicas. Estos videos están disponibles en el campus virtual de la UCM (ver el apartado de Seminarios de Trabajo), y en la página Web del Departamento de Química Orgánica. Asimismo, es conveniente que el alumno repase los guiones de las prácticas de *Operaciones Básicas de Laboratorio* que tratan de dichas técnicas (prácticas 9, 10, 11 y 12).

A) OBJETIVOS GENERALES DE LA ASIGNATURA.

- Aplicar las distintas técnicas utilizadas en el Laboratorio de Química Orgánica a problemas concretos. En su caso, deberá elegir entre dos o tres opciones.
- Interpretar los protocolos para el **desarrollo** de una reacción y el **aislamiento, purificación y caracterización** del producto, teniendo en cuenta los siguientes aspectos:
 - ✓ Cálculos estequiométricos.
 - ✓ Rendimiento teórico.
 - ✓ Propiedades de los componentes de la mezcla de reacción.
- Evaluación de los resultados obtenidos en función de los objetivos planteados.

B) PLAN DE TRABAJO. MÉTODOS Y EVALUACIÓN.

- Las prácticas se desarrollan 10 sesiones el segundo semestre a lo largo de 10 días (**de 10:00 a 13:30 o de 15:00 a 18:30 h**; este horario es susceptible de cambio atendiendo al correspondiente a las clases teóricas de cada grupo particular) y se llevan a cabo *simultáneamente* turnos de mañana y turnos de tarde.
- Los alumnos deberán llevar completo el **Manual de Prácticas** (depositado en la página web del Departamento y en el Campus Virtual) que incluye las normas básicas de funcionamiento y seguridad, los guiones de cada una de las prácticas e instrucciones para la elaboración del cuaderno de laboratorio.
- El Profesor debe resaltar el objetivo de la práctica y responder a las preguntas que el alumno debe hacerse para interpretar el guión. El alumno tiene que saber en todo momento qué tiene entre manos y la finalidad de cada operación.
- El alumno elaborará un **cuaderno de laboratorio** de acuerdo con las indicaciones que se recogen en el apartado denominado "Cuaderno de Laboratorio", que se entregará el día del examen.
- Al finalizar la práctica el alumno mostrará al Profesor los *productos obtenidos*, debidamente caracterizados.
- Una vez finalizado el laboratorio se realizará un **examen escrito** de 1 hora de duración.
- La *calificación* se realizará teniendo en cuenta el examen escrito, los resultados obtenidos, su progreso o evolución y el cuaderno de laboratorio.

C) PROGRAMA DE LA ASIGNATURA

1. **Separación y purificación de los componentes de una mezcla** (2 sesiones)

- Técnicas de aislamiento de compuestos orgánicos: aminas, ácidos, fenoles y compuestos neutros.
- Purificación de compuestos orgánicos mediante técnicas de destilación, recristalización y sublimación.
- Caracterización de los compuestos obtenidos: punto de fusión/punto de ebullición.

2. **Reacciones de N- y O-acilación: síntesis de medicamentos y polímeros** (2 sesiones)

- Ácido acetilsalicílico. Síntesis, purificación mediante recristalización y caracterización (punto de fusión). Cálculo del rendimiento de la reacción.
- Paracetamol. Síntesis, purificación mediante recristalización y caracterización (punto de fusión). Cálculo del rendimiento de la reacción.
- **Nylon 66: Síntesis en medio bifásico, cálculo del rendimiento de la reacción**
- Análisis de analgésicos comerciales por cromatografía en capa fina.

3. **Síntesis de Salicilato de metilo: Síntesis con Dean-Stark, purificación por destilación a vacío, cálculo del rendimiento de la reacción**

4. **Nitración del clorobenceno** (2 sesiones)

- Síntesis, aislamiento y purificación de los isómeros orto/para por cromatografía en columna de gel de sílice. Cálculo del rendimiento de la reacción.

5. **Síntesis de alcanfor e isoborneol** (1,5 sesiones)

- Oxidación del borneol a alcanfor. Síntesis, purificación mediante sublimación y caracterización (punto de fusión). Cálculo del rendimiento de la reacción.
- Reducción del alcanfor a isoborneol. Síntesis, purificación mediante sublimación y caracterización (punto de fusión). Cálculo del rendimiento de la reacción.

6. **Síntesis diastereoespecífica de un epóxido** (1,5 sesiones)

- Síntesis de la Bomohidrina del *trans*-estilbeno. Purificación mediante recristalización y caracterización (punto de fusión). Cálculo del rendimiento de la reacción.
- Síntesis de óxido de *trans*-estilbeno. Síntesis, seguimiento de la reacción por CCF, caracterización (punto de fusión). Cálculo del rendimiento de la reacción

D) RECURSOS DEL LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA

- El sector de laboratorio correspondiente a un grupo/profesor es *autónomo* en cuanto a infraestructura básica y específica; consta generalmente de uno o dos espacios separados, denominados “U”
- Cada alumno recibirá una taquilla ubicada en una “U” determinada, con dotación suficiente para que **no utilice** el material o los servicios instalados en otras Ues o taquillas, y será responsable del material que contiene.
- Cada dos Ues disponen de un armario en el pasillo que contiene el material común (**material de U**). *Este material sirve doblemente al turno de mañana y al de tarde y puede ser compartido por más de un grupo*, por lo que debe guardarse siempre en condiciones de ser utilizado. Existen también armarios generales que contienen material general común de todo el laboratorio.
- La dotación de las taquillas individuales y armarios se encuentra en las hojas situadas en el interior/exterior de los mismos.

- Cada grupo dispone de un juego completo de disoluciones preparadas, reactivos y disolventes necesarios en cada práctica (los envases estarán **etiquetados con el código de color correspondiente a cada sector**) que se sitúan en los estantes de una U. El ácido clorhídrico concentrado, el ácido acético glacial, el anhídrido acético o cualquier otro reactivo lacrimógeno o tóxico deberán *abrirse y cerrarse en la vitrina más próxima*. Al finalizar cada sesión, todas las botellas y botes deberán quedar situados en el lugar original para que el técnico de laboratorio pueda reponer su contenido o trasladarlos a su lugar de almacenamiento. Si en el momento de dar comienzo una sesión práctica, se observa descolocación o carencia de alguno de los disolventes o reactivos necesarios para la práctica se dará cuenta de la incidencia al Profesor.
- En todas las Ues existe **un rotavapor, un granatario, 1 bomba de membrana y 2 microbombas**. En los puntos de vacío se debe filtrar y destilar pero NO SECAR. Con objeto de preservar las bombas de membrana y las microbombas, se ha intercalado una trampa de líquidos/gases en cada puesto de trabajo. Las trampas deben quedar **limpias** al término de la sesión.
- En el laboratorio existen **una estufa, 6 bloques** para determinar **puntos de fusión** y **4 lámparas UV**. Tres de ellas (254 nm) están sobre las poyatas, en un receptáculo negro, y una portátil (254/366 nm) que se guarda en el armario de material general.
- El **botiquín** permanecerá abierto durante toda la sesión de prácticas y será manejado exclusivamente por los profesores.
- En la entrega y recogida de taquillas todo el material individual *debe estar limpio y completo*. NO SE ACEPTARÁ MATERIAL SUCIO O ROTO.

E) ADAPTACIONES PARA ALUMNADO CON DISCAPACIDAD O NECESIDAD DE APOYO EDUCATIVO:

Los alumnos que precisen adaptación y/o apoyo para la realización de las prácticas de Laboratorio, podrán solicitarlo mediante el documento de **Solicitud de adaptación y/o apoyo para el alumnado con discapacidad o necesidad específica de apoyo educativo**, disponible en el Campus Virtual y en la página web del Departamento de Química Orgánica. Una vez rellanado el documento, se enviará por correo electrónico al/la Coordinador/a de Prácticas, quien se pondrá en contacto para concretar las adaptaciones o ampliar información cuando sea preciso.

MEDIDAS DE SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

Equipos de Protección Individual (EPI).

La indumentaria de los alumnos, profesores y personal técnico en los laboratorios debe ser la adecuada y contener los elementos de protección individual (EPI) adecuados: gafas de seguridad, bata de laboratorio, guantes, cabellos recogidos, calzado cómodo, y ropa adecuada.

Gafas de seguridad:

- ✓ **Es obligatorio el uso de gafas de seguridad siempre que se encuentre en el recinto del laboratorio, aunque no se realice ningún experimento en ese momento.**
- ✓ No es aconsejable utilizar lentes de contacto ya que, en caso de accidente, pueden introducirse partículas de reactivos o disolventes entre la lente y el ojo dañando a éste.
- ✓ En caso de que algún reactivo penetre en los ojos, se acudirá rápidamente al lavaojos más cercano, se aclarará con agua abundante durante aproximadamente 5 minutos y se avisará al Profesor responsable.

Servicios de emergencia.

- ✓ Es obligatorio conocer la localización y disponibilidad de todos los servicios: botiquín, lavaojos, duchas, mantas ignífugas y extintores.

Prevención de Incendios.

- ✓ En un laboratorio de Química Orgánica se trabaja frecuentemente con disolventes inflamables (éter de petróleo, etanol, acetona, etc.), y siempre existe el riesgo de incendios. Por ello está terminantemente **prohibido fumar** en el laboratorio, así como encender cualquier llama.
- ✓ Actualmente, todas las fuentes de calefacción disponibles en los laboratorios son eléctricas pero pueden provocarse incendios por deflagración o explosión de vapores.
- ✓ En caso de utilizar mecheros con fines determinados, debe hacerse en vitrinas o zonas ventiladas, y alejadas de materiales inflamables
- ✓ Los líquidos inflamables **no se calentarán nunca al fuego directo, ni en un vaso abierto.**
- ✓ Antes de desmontar los aparatos en que se hayan utilizado disolventes, se esperará a que éstos hayan alcanzado la temperatura ambiente.
- ✓ Los aparatos en que se calientan sustancias, con o sin desprendimiento gaseoso, no deben estar completamente cerrados.
- ✓ Existen **mantas ignífugas** situadas en el pasillo central, para sofocar llamas que afecten a la ropa o partes del cuerpo. En caso de incendio, deben abrirse con ambas manos siguiendo las instrucciones y cubrir en su totalidad a la persona afectada.

Extintores

- ✓ Es necesario conocer su funcionamiento antes de comenzar a trabajar en el laboratorio. El procedimiento de manejo de extintores es el referido en el Plan de Autoprotección elaborado por la UCM/Facultad de Ciencias Químicas (Abril, 2001) y consta de tres etapas:
 - *Operaciones previas a la extinción.*
 - ← Elegir el extintor adecuado al tipo de fuego previsible:

Tipo de fuego	CO ₂	Polvo
Sólidos	NO	SÍ
Líquidos	NO	SÍ
Gases	NO	SÍ
Eléctrico	SÍ	SÍ

- ← Extraer el extintor de su soporte o emplazamiento.
 - ← Desplazarse hasta el lugar del conato de incendio.
 - ← Situarse en la proximidad del foco de incendio, asegurándose de que desde ese punto existe un camino de repliegue ante una eventualidad. Si hay alguna corriente de aire en la zona del incendio colocarse de espaldas al sentido de la corriente.
 - ← La duración de un extintor es muy corta por lo que no se debe utilizar hasta estar junto al fuego.
- *Operaciones durante la extinción.*
 - ← No invertir el extintor.
 - ← Retirar la anilla de seguridad.
 - ← Sujetar la manguera con una mano y accionar la válvula de disparo con la otra.
 - ← Dirigir el chorro de agente extintor hacia la base de las llamas, procurando mantener el extintor lo más vertical posible (no es necesario mantenerlo en vilo; puede accionarse desde el suelo).
 - ← Efectuar un movimiento de barrido en zig-zag de fuera hacia dentro. En el caso de fuego de combustibles sueltos o líquidos inflamables, evitar que el chorro por el efecto de soplo y choque extienda la superficie en ignición y/o provoque proyecciones de partículas inflamadas.
 - ← Evitar que el chorro de agente extintor toque a las personas.
 - ← En caso de extintores de polvo, evitar que éste caiga sobre el área incendiada en forma de llovizna.
 - *Operaciones posteriores a la extinción.*
 - ← Remover con cualquier elemento (un palo, una barra, etc.) los restos y comprobar que el fuego se ha sofocado.
 - ← Ventilar el local.
 - ← Enviar a su recarga o notificar a mantenimiento qué extintor se ha utilizado.
 - ← Efectuada la recarga, volver a colocar en su emplazamiento, listo para una nueva eventualidad.

Manejo de Reactivos.

- ✓ Todos los reactivos deben ser manejados con cuidado. Se debe evitar el contacto con la piel. En caso de que éste se produzca, se debe aclarar la parte afectada con agua abundante, y nunca se deben utilizar disolventes orgánicos ya que pueden aumentar la absorción del reactivo en la piel.
- ✓ También debe evitarse al máximo la inhalación de vapores de compuestos orgánicos, particularmente de disolventes aromáticos o clorados. Se debe utilizar la vitrina **siempre** que el profesor lo indique. Durante su utilización hay que cerciorarse de su buen funcionamiento y de que permanece cerrada el mayor tiempo posible.
- ✓ No se debe pipetear jamás con la boca ningún compuesto químico ni disolución; para ello se usan los aspirapipetas.

- ✓ **No se deben dejar nunca abiertas las botellas o recipientes con reactivos o disolventes.**
- ✓ Está terminantemente prohibido comer o beber en el laboratorio.

Vertidos.

- ✓ Los ácidos y bases fuertes y los compuestos tóxicos **no se verterán** en los desagües, sino en los contenedores adecuados.
- ✓ **Los disolventes orgánicos no se verterán nunca por los desagües**, sino que se intentarán recuperar siempre que sea posible para su reutilización. En caso contrario, se almacenarán en unos bidones de plástico disponibles en el laboratorio. *Se diferenciará entre disolventes halogenados y no halogenados, y se dispondrán recipientes especiales para la recogida de acetona.*
- ✓ No se deben arrojar al fregadero residuos sólidos (tapones, trozos de plato poroso) que puedan obturar el desagüe, sino a la papelera.
- ✓ Los trozos de vidrio se depositarán en el contenedor adecuado para ello.

Reacciones con refrigerante de reflujo

- ✓ Las reacciones se llevan a cabo generalmente en disolución. Aquellas reacciones que son demasiado lentas, o no progresan, a temperatura ambiente, requieren calefacción, mientras que las que son demasiado rápidas o poco selectivas, se realizan a baja temperatura.
- ✓ La palabra reflujo significa <retorno, vuelta atrás>. Un montaje para reflujo permite realizar procesos a temperaturas superiores a la ambiente (reacciones, recristalizaciones, etc.), evitando la pérdida de disolvente y que éste salga a la atmósfera. Es frecuente que las reacciones que transcurren a temperatura superior a la ambiente se lleven a cabo a reflujo, es decir, a la temperatura de ebullición del disolvente elegido. Por tanto, eligiendo el disolvente adecuado, se puede controlar la temperatura a la que se lleva a cabo la reacción.
- ✓ Para llevar a cabo una reacción se emplea como reactor un matraz de fondo redondo, de una o varias bocas. El matraz debe tener el tamaño adecuado al volumen final de la reacción una vez añadidos los reactivos y el disolvente, sabiendo que un matraz no debe llenarse más de la mitad de su capacidad.
- ✓ Nunca se debe calentar una reacción en un matraz cerrado, ya que la sobrepresión que se genera podría hacerlo estallar. Por otra parte, si el matraz se dejara abierto, el disolvente acabaría evaporándose, y su contenido quedaría sometido a una calefacción excesiva que podría provocar su descomposición. Para evitarlo, en las reacciones que se efectúan a temperatura superior a la ambiente, es necesario colocar un *refrigerante de reflujo* en la boca del matraz. A medida que aumenta la temperatura, y hasta que se alcanza la temperatura de ebullición del disolvente, los vapores del mismo ascienden por el interior del refrigerante, donde se condensan por acción del agua fría de la camisa exterior, y vuelven a caer al matraz, estableciéndose un *reflujo* continuo de disolvente, de modo que el volumen de disolvente se mantiene constante durante todo el tiempo de reacción. Con objeto de garantizar la máxima capacidad de enfriado del refrigerante, el agua debe entrar por la toma inferior y salir por la superior, manteniendo un flujo moderado pero continuo, de forma que la camisa del refrigerante esté siempre llena de agua fría.
- ✓ La mezcla de reacción debe agitarse desde el principio, tanto para evitar que el líquido hierva a saltos formando grandes burbujas de vapor en su superficie, como para garantizar la máxima homogeneidad posible. Para ello se suele utilizar una pieza de agitación magnética y una placa de agitación-calefacción, salvo que se trate de reacciones viscosas o de grandes volúmenes, en cuyo caso se utilizan agitadores mecánicos y mantas de calefacción.

- ✓ Para que el calentamiento del matraz sea eficaz y uniforme, se introduce hasta la mitad en un baño que transfiere el calor desde la placa, y la temperatura de la reacción se controla introduciendo un termómetro en el baño (ver figura 1), sabiendo que la temperatura en el interior del matraz suele ser unos 10 °C inferior a la del baño. Para calentar por debajo de 100 °C, se puede emplear un baño de agua, aunque debido a la elevada humedad que genera en torno a la reacción, no es recomendable si se necesitan condiciones anhidras en el interior del matraz. Para temperaturas superiores, se emplean baños de aceite (mineral o de silicona) o de grafito, en recipientes de vidrio, cerámica o aluminio. La utilización de termómetros de contacto, que regulan la temperatura de la placa, permiten programar la temperatura del baño y, por tanto, de la reacción.

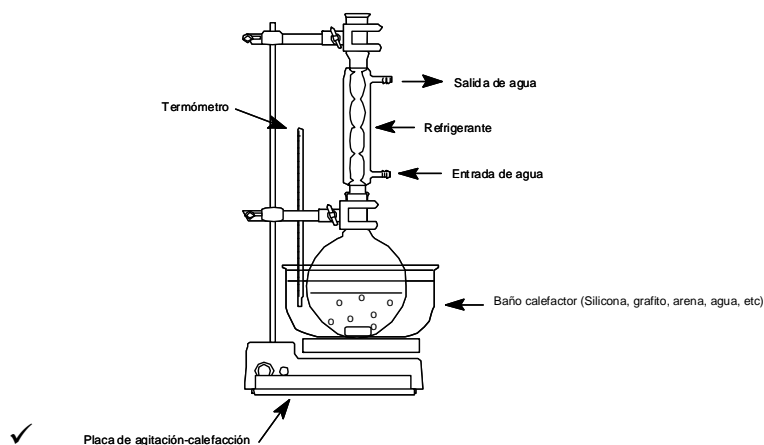


Figura 1

Visitas.- Queda *prohibida la entrada en el laboratorio a toda persona ajena al mismo.*

Cualquier incidencia que se produzca en el laboratorio, que afecte a la seguridad en el trabajo, deberá comunicarse inmediatamente al Profesor que esté al cargo del grupo, el cual, a su vez, informará al Coordinador de las Prácticas

NORMAS GENERALES

Material que el alumno debe llevar al acudir al laboratorio:

Bata de laboratorio	Espátula de laboratorio
Gafas de seguridad	Bolígrafo
Cuaderno de laboratorio (DIN A4)	Rotulador para vidrio
Guión de Prácticas completo	Pinzas de madera
Tijeras y un paño de algodón	1 Fotografía tamaño carnet

Con objeto de evitar roturas y deterioros en las instalaciones y equipos, el Profesor explicará brevemente su uso el primer día de prácticas. *El incumplimiento de las normas por el alumno se penalizará con la expulsión del laboratorio aplicándosele el régimen de ausencias injustificadas que pueden dar lugar al suspenso en la asignatura.* Igualmente se resolverá en el caso de incumplimiento de las *normas de seguridad e higiene* (vertidos en desagües, accidentes previsibles, etc.), *así como la carencia de bata, gafas de seguridad, cuaderno de laboratorio o guión completo de prácticas.*

Preparación de la Práctica.

Antes de acudir al laboratorio para comenzar una sesión de prácticas es preciso haber preparado la práctica que se vaya a realizar ese día. Ello incluye haber leído el guión, comprendido el fundamento teórico de la misma y realizado los cálculos previos para saber las cantidades exactas de los reactivos que se van a necesitar para preparar una disolución.

Puntualidad.

El tiempo de permanencia en el laboratorio es limitado y hay que aprovecharlo. Al comienzo de cada práctica se dan a los alumnos una serie de explicaciones y detalles concretos sobre la práctica a realizar. *Es imprescindible asistir a dichas explicaciones para poder trabajar de forma adecuada.* El retraso injustificado o repetidamente justificado puede dar lugar al suspenso en la asignatura.

- ✓ Con objeto de evitar roturas y deterioros en las instalaciones y equipos, el Profesor explicará brevemente su uso el primer día de prácticas. *El incumplimiento de las normas por el alumno se penalizará con la expulsión del laboratorio.* Igualmente se resolverá en el caso de incumplimiento de las *normas de seguridad e higiene* (vertidos en desagües, accidentes previsibles, etc.), *así como la carencia de bata, gafas de seguridad, cuaderno de laboratorio o guión completo de prácticas.*

Limpieza.

El material de la taquilla debe estar siempre limpio. Es preferible guardarlo limpio al terminar una sesión de prácticas, ya que de esta forma se encontrará listo para su utilización en la siguiente sesión.

Cualquier sólido o líquido que se derrame, tanto por la mesa como por el suelo, deberá ser limpiado inmediatamente. En caso de duda sobre el mejor método a seguir en cada caso, consulte al Profesor.

Al terminar la sesión de prácticas el material debe quedar limpio y ordenado, tanto el particular como el de uso general. Los reactivos quedarán ordenados (no cambiados de mesa ni abandonados junto a las balanzas).

Metodología de Trabajo.

1. Durante el desarrollo de las prácticas, hay veces en las que es necesario esperar un determinado tiempo antes de pasar al punto siguiente. *Sin dejar nunca desatendido el experimento*, se puede aprovechar el tiempo para preparar elementos o material que se van a necesitar después (filtros de pliegues, disoluciones, etc.), para limpiar material, para realizar cálculos, para preguntar dudas al Profesor, etc..
2. *Etiquetar adecuadamente* los contenidos de los recipientes. Muchos compuestos orgánicos pueden tener la misma apariencia y puede resultar peligroso confundirlos.
3. No se deben introducir pipetas en las botellas o frascos generales de reactivos, para evitar el riesgo de contaminación accidental. Se pone en un recipiente (vaso de precipitados) la cantidad aproximada de reactivo que se vaya a necesitar, y se introduce en él la pipeta. *De igual forma, los reactivos sobrantes nunca se devolverán a sus recipientes originales*. Por lo tanto, para no desperdiciarlos, es necesario calcular bien las cantidades y pasar los reactivos sobrantes a otro/a compañero/a que pueda necesitarlos.
4. El vidrio caliente tiene la misma apariencia que el frío. Hay que esperar a que se enfríe antes de desmontar un aparato que se ha estado calentando.
5. Los profesores se encargarán de cortar los cromatofolios que necesiten sus alumnos y suministrar los capilares de CCF necesarios (nunca se deben utilizar capilares de punto de fusión para este fin). Los viales, tapones y tubos de RMN son material retornable una vez limpios.
6. Es necesario tener mucho cuidado de que *no entre nada en contacto* (gomas de refrigerante, cordón del enchufe, la propia mano) **con una placa de calefacción** en funcionamiento o recién apagada.
7. Cuando se está realizando una extracción es conveniente guardar siempre las dos fases, hasta estar seguro de que alguna de ellas no interesa.
8. Las **cuestiones** relativas a cada práctica se entregarán al Profesor al término de cada práctica y se las devolverá su Profesor una vez que estén revisadas y calificadas.

EL CUADERNO DE LABORATORIO

Durante la realización de cualquier trabajo en un laboratorio, es fundamental la utilización de un **cuaderno** de laboratorio (al igual que otros materiales de laboratorio). No se debe confiar nunca en la memoria para la retención de un dato u observación, ni emplear hojas sueltas para hacer anotaciones.

Antes de entrar en el laboratorio se debe realizar una cierta preparación de la práctica, que redundará en un ahorro posterior de tiempo. Las **reglas generales** de esta preparación previa son:

1. Leer cuidadosamente en el Guión de Prácticas el experimento que se va a realizar, identificando todo el material y reactivos necesarios (*consulte el material disponible en el Campus Virtual con el fin de familiarizarse con el material y el procedimiento experimental*).
2. Buscar las propiedades físicas (p.f., p. eb., densidades de líquidos, etc), así como Riesgos específicos y consejos de prudencia (frases R y S) de los reactivos que se van a emplear (p.ej en el catálogo de Sigma-Aldrich, Fluka, Acros u otros proveedores, disponibles también on-line).
3. Calcular los pesos moleculares de los reactivos, anotarlos en el cuaderno bajo la reacción química prevista, y calcular las cantidades concretas que se van a utilizar.

El cuaderno de laboratorio es el registro permanente de todo lo que se realiza en el laboratorio durante el periodo de prácticas. Debe contener los detalles y documentación necesarios para que el mismo experimento pueda repetirse posteriormente por otra persona. Por tanto, deben seguirse las **siguientes indicaciones**:

1. Debe tratarse de un cuaderno auténtico, no una serie de hojas sueltas que después se grapen o sujetan.
2. Escribir, a mano, en tinta, no en lápiz. Hacer correcciones si es necesario, para que el cuaderno resulte legible.
3. En cada práctica se comienza con el título, objetivo, ecuaciones químicas necesarias, datos sobre los reactivos (toxicidad, precauciones, etc) y una breve descripción del experimento.
4. Si se utiliza un aparato, se debe incluir un esquema del mismo.
5. Seguidamente se anotan las cantidades usadas en el experimento y las incidencias que se observen en el transcurso del mismo. En todos los casos en que se sintetiza un compuesto el procedimiento consta de tres fases bien definidas:
 - I. **Descripción de la reacción:** orden de adición de los reactivos, cantidades [g ó mL, (moles)], condiciones de reacción (temperatura, tiempo, etc.).
 - II. **Aislamiento del producto de reacción (crudo o bruto de reacción):** procedimiento para separar el producto del disolvente utilizado en la reacción, de las sales u otros productos inorgánicos que se hayan podido formar o de algunos de los reactivos utilizados que no se hubieran consumido totalmente y fueran **solubles** en agua o en disoluciones acuosas de diferente pH.
 - III. **Purificación y caracterización del producto:** separación del producto de las impurezas procedentes de la mezcla de reacción que lo acompañan después de su aislamiento (generalmente, reactivos en exceso **insolubles** en agua o en disoluciones acuosas de diferente pH y subproductos de reacción).

6. En todos los casos en que se sintetiza un compuesto, debe calcularse el **rendimiento obtenido**. Para ello, en primer lugar hay que calcular cuál es el *reactivo limitante* en nuestro caso, seguidamente se calcula el rendimiento teórico de la reacción, y, por último, el rendimiento real en cada caso. Si se trata de una síntesis por pasos, se calcula el rendimiento de cada uno de los pasos de la forma señalada anteriormente. El rendimiento global del proceso es el producto de los rendimientos de cada uno de los pasos.
7. Todos los compuestos sintetizados deben ser caracterizados mediante la técnica apropiada.
8. Se pueden incluir placas de cromatografía que no hayan sido introducidas en reveladores químicos, aunque es preferible un dibujo a escala de la misma.
9. Por último, se anotan los resultados obtenidos y las conclusiones a que se llegan con los mismos. Se incluirán, de forma clara y concisa, las explicaciones que se consideren oportunas para justificar los errores o datos incorrectos, o que no se ajusten a lo esperado en un principio.
10. En todos los casos, los datos deben ir acompañados de sus unidades y con el número de dígitos adecuado a la precisión con que se ha realizado la medida

P1 – SEPARACIÓN Y PURIFICACIÓN DE LOS COMPONENTES DE UNA MEZCLA

(Duración: 2 sesiones)

1. Introducción.

1.1. Extracción Ácido-Base

La **extracción** líquido-líquido es la técnica más empleada para separar un producto orgánico de una mezcla de reacción o para aislarlo de sus fuentes naturales. Puede definirse como **la separación de un componente de una mezcla de reacción por medio de un disolvente orgánico en contacto con una fase acuosa**. Los distintos solutos presentes en dicha mezcla se distribuyen entre las fases acuosa y orgánica de acuerdo con sus solubilidades relativas. Conviene recordar que, para un mismo volumen de disolvente orgánico, es más efectivo realizar varias extracciones (con *porciones del disolvente*), que una sola con todo el volumen.

La extracción ácido-base es la técnica más eficaz para separar compuestos orgánicos con propiedades ácidas o básicas, y está basada en el empleo de disoluciones ácidas o alcalinas capaces de convertir selectivamente determinadas sustancias en sales solubles en agua e insolubles en disolventes orgánicos. Así, una disolución de **hidróxido sódico** al 5-10% convierte, por ejemplo, los **ácidos carboxílicos** (R-COOH) en sus sales sódicas ($\text{R-COO}^- \text{Na}^+$). Los **fenoles** (ArOH) experimentan una transformación semejante con el mismo reactivo. Por esta causa, puede utilizarse una solución de hidróxido sódico para extraer o separar un ácido carboxílico o un fenol, en solución de un disolvente orgánico, de otros compuestos básicos o neutros. Las sales sódicas de los ácidos carboxílicos y de los fenoles son fácilmente convertibles en los compuestos de partida por simple tratamiento de la fase acuosa básica con un ácido.

Las disoluciones acuosas de **bicarbonato sódico** convierten también los ácidos carboxílicos en sus respectivas sales sódicas, pero no son lo suficientemente básicas para formar sales con los compuestos fenólicos. Esto permite la separación de ácidos carboxílicos y fenoles: el ácido carboxílico se extrae en primer lugar de la solución en el disolvente orgánico utilizando una solución de bicarbonato sódico y, posteriormente, el fenol con solución de hidróxido sódico.

Asimismo, el **ácido clorhídrico diluido** se emplea para la extracción de **sustancias básicas** de sus mezclas con otras neutras o ácidas, ya que transforma los compuestos básicos, por ejemplo NH_3 o una amina orgánica, en los correspondientes hidroclozuros solubles en agua. El compuesto de partida se recupera por simple tratamiento con una base.

En una extracción ácido-base, los compuestos **neutros** (hidrocarburos, derivados halogenados, alcoholes, compuestos carbonílicos) permanecen en la fase orgánica y se aíslan de la misma al final del proceso.

1.2. Agentes Desecantes.

Cuando se lleva a cabo una extracción la fase orgánica arrastra cierta cantidad de agua por lo que, antes de realizar una posterior purificación de los productos, *hay que secarla*. Para ello se usan sustancias químicas que reaccionan de alguna forma con el agua o absorben ésta, eliminándola, y que se denominan *agentes desecantes*.

Características. Un buen desecante debe reunir determinadas condiciones:

- ✓ No reaccionar (o ser compatible) con la sustancia cuya disolución se va a secar.
- ✓ Poseer una gran *eficacia*, es decir, eliminar el agua completamente.

- ✓ Tener una gran *capacidad* de secado, lo que implica ser capaz de eliminar una gran cantidad de agua por unidad de peso de desecante.
- ✓ Secar *rápidamente*.
- ✓ Ser *fácilmente separable* de la disolución o líquido objeto del secado.

Tipos de desecantes.

- a) **Reversibles:** Forman hidratos por reacción *reversible*; por ello, si se calientan desprenden el agua retenida. *Es imprescindible eliminar estos desecantes antes de destilar.*

MgSO ₄	Universal
CaCl ₂	Hidrocarburos, derivados halogenados, éteres. No debe utilizarse para ácidos, alcoholes, fenoles, aminas, cetonas, ésteres
Na ₂ SO ₄	Universal
NaOH, KOH	Aminas
K ₂ CO ₃	Cetonas, ésteres, alcoholes, aminas

- b) **Irreversibles:** Reaccionan con el agua de forma *irreversible*. Secan mejor a altas temperaturas.

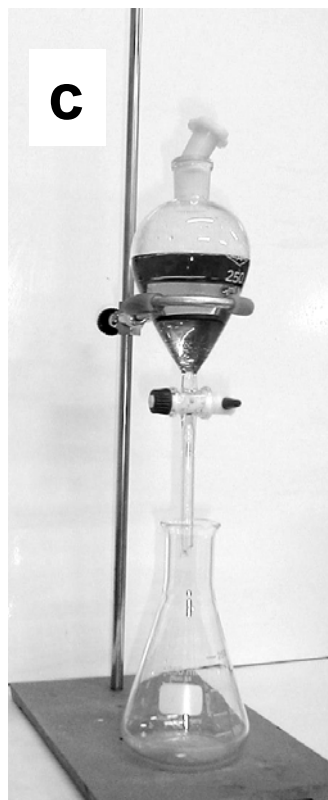
Na	Éteres, alcanos, hidrocarburos aromáticos
CaH ₂	Éteres, aminas terciarias
P ₂ O ₅	Hidrocarburos, derivados halogenados, éteres, nitrilos
CaO	Alcoholes de bajo peso molecular

Otros desecantes. Agentes adsorbentes que actúan por adsorción de agua en su superficie. Son la *gel de sílice* y los '*tamices moleculares*' (zeolitas de tamaño de poro variable).

1.3. Utilización del embudo de decantación.

El tapón y la llave (que se lubrica con grasa, *sólo* si es de vidrio esmerilado) deben estar bien ajustados. El embudo de decantación debe manejarse con ambas manos; con una se sujeta el tapón, asegurándolo con la palma de la mano, y con la otra se manipula la llave (a). Se invierte el embudo y se abre la llave para eliminar la presión de su interior; se agita con suavidad durante uno o dos segundos y se abre de nuevo la llave. Cuando deja de aumentar perceptiblemente la presión en el interior, se asegura el tapón y la llave y se agita enérgicamente durante uno o dos minutos (b). Se pone de nuevo en contacto con la atmósfera a través de la llave (a), se vuelve a cerrar ésta y se apoya, ya en posición normal, en un aro metálico con unos trozos de tubo de goma que lo protegen de las roturas (c). Se destapa y se deja en reposo (c) hasta que sea nítida la separación entre las dos capas del líquido. En la parte inferior debe tenerse siempre un vaso de precipitados de gran tamaño, con objeto de poder recoger todo el líquido en caso de que el embudo se rompiera por accidente. No obstante, las diferentes capas se recogen en matraces erlenmeyer.

Después de separadas ambas fases, se saca la inferior por la llave y la superior por la boca; así se previenen posibles contaminaciones.



2. Material y aparatos.

1 Gradilla con 12 tubos de ensayo
1 Kitasato 250 mL
1 Probeta 100 mL
1 Embudo extracción con tapón
1 Matraz 100 mL B-29
1 Embudo Büchner 4 cm Φ
1 Soporte con aro y nuez
6 Erlenmeyer 50 y 100 mL
2 Erlenmeyer 250 mL

1 Embudo cónico 7 cm Φ
1 Vaso precipitados 100 mL
Bloque de puntos de fusión
Placa calefactora
Pipetas Pasteur
Capilares para puntos de fusión
Papel de Filtro
Sublimador
Aparato de destilación completo

3. Reactivos y disolventes.

Muestra problema (20 mL de disolución en éter)
Disolución acuosa de hidróxido sódico al 10%: 2 x 25 mL
Disolución acuosa de NaHCO_3 al 5%: 30 mL
Disolución acuosa de HCl al 10%: 3 x 25 mL

Sulfato magnésico anhidro
Ácido clorhídrico conc. (35%)
Hidróxido sódico sólido
Diethyléter

4. Procedimiento Experimental

El objetivo de la práctica es separar, aislar y caracterizar los componentes de una muestra problema suministrada por el profesor al inicio de la práctica. Cada muestra contiene dos compuestos con diferentes propiedades ácido-base, disueltos en un disolvente orgánico (éter etílico en este caso). Las posibles sustancias se recogen en la siguiente tabla junto con sus puntos de fusión y/o puntos de ebullición, puesto que la medida de los mismos será el criterio que se seguirá para la caracterización e identificación final.

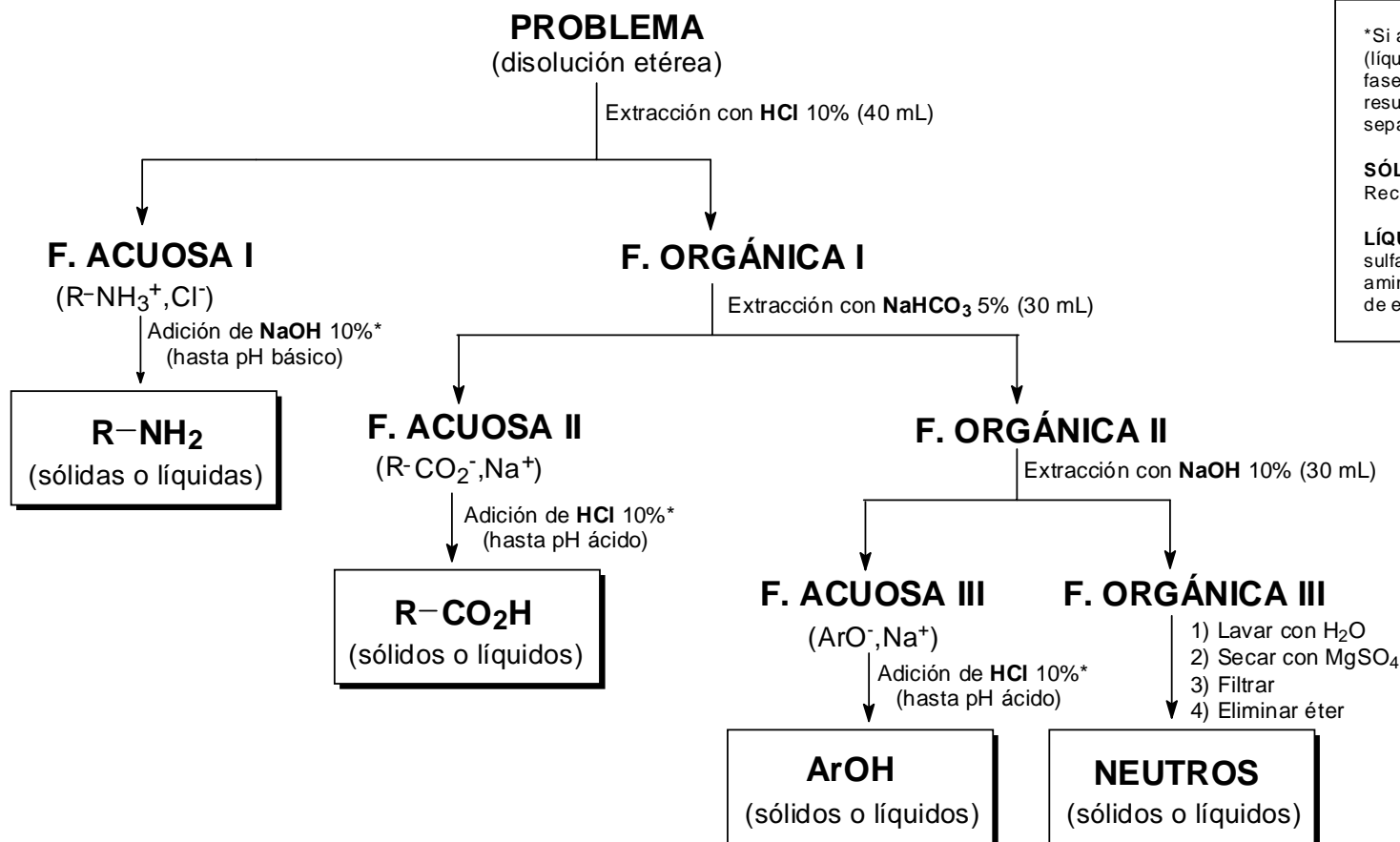
Tabla de constantes físicas de los compuestos orgánicos utilizados en P1			
Grupo funcional	Compuesto	p. eb. (°C)*	p. f. (°C)* (disolvente recristalización)
AMINAS	Piperidina	105	
	Anilina	184	
	Bencilamina	192	
	o-Toluidina	201	
	p-Toluidina		45
	Quinoleína	240	
ÁCIDOS	Ácido fenilacético		76
	Ácido o-toluico		102
	Ácido m-toluico		110
	Ácido benzoico		121
	Ácido salicílico		158
	Ácido p-toluico		177
	Ácido β -naftoico		184
	Ácido p-clorobenzoico		239
FENOLES	2,4,6-Triclorofenol		67
	α -Naftol		94
	β -Naftol		122
	p-Hidroxibifenilo		165
NEUTROS (varios grupos funcionales)	Cloruro de acetilo	55	
	Benceno	80	
	Tolueno	110	
	m- y p-Xileno	138-139	
	p-Cimeno	176	
	Nitrobenceno	209	
	p-Tolunitrilo	217	
	Difeniléter	252	28
	Benzofenona		48
	p-Diclorobenceno		54
	Naftaleno		81
	Benzanilida		161
	Alcanfor		175
	Antraceno		216

*error: $\pm 2^\circ\text{C}$

El esquema de **separación** de una muestra problema que contiene un ácido carboxílico, un fenol, una amina y un compuesto neutro, se representa en la siguiente página. El alumno deberá diseñar de forma similar un esquema para su problema utilizando las cantidades indicadas, y actuar según las instrucciones del recuadro para conseguir separar, aislar y purificar los componentes de la mezcla.

Cálculos a realizar: Previamente a cada proceso de neutralización de las disoluciones ácidas o básicas empleadas para la extracción de los componentes de la mezcla, se debe calcular las cantidades de disolución de HCl al 10% (m/v) o NaOH al 10% (m/v) necesarias.

SEPARACIÓN Y PURIFICACIÓN DE LOS COMPONENTES DE UNA MEZCLA



*Si aparece sólido o separación de capas (líquido) volver a extraer la correspondiente fase orgánica y neutralizar la fase acuosa resultante hasta que no aparezca sólido ó separación de fases.

SÓLIDOS: Filtrar. Pruebas de solubilidad. Recristalización. Punto de fusión.

LÍQUIDOS: Extracción con éter. Secado con sulfato magnésico (o NaOH o KOH si son aminas). Filtrar. Eliminar éter. Destilar. Punto de ebullición

Purificación de los componentes de la mezcla.

Una vez separados los componentes de la mezcla, éstos deben ser purificados, ya que en el proceso de su aislamiento las distintas fases orgánicas pueden contener un componente que no se haya extraído bien en la fase acuosa correspondiente. En esta práctica los procesos de purificación se reducen a tres operaciones básicas: recristalización, sublimación y/o destilación.

En cualquier caso, *si el producto fuera sólido, debe consultarse al Profesor sobre las posibles opciones.*

Identificación de los componentes de la mezcla.

Una vez aislados y purificados los dos componentes de la mezcla, se procederá a la medida de sus puntos de fusión (sólidos) o de ebullición (líquidos, medido durante la destilación). Mediante la comparación con la tabla, podrá deducirse la estructura de cada uno de ellos, que se entregará al profesor para su aprobación. En el caso de que alguna de las moléculas propuestas no sea correcta, deberá repetirse el proceso siguiendo las indicaciones del profesor.

NOTA. Para completar la información sobre cada una de estas operaciones básicas debe consultarse el guión de prácticas de la asignatura de *Operaciones Básicas de Laboratorio* (primer curso), así como la información disponible en el Campus Virtual.

Cuestiones.

1. ¿Cómo se puede destruir una emulsión?
2. ¿Qué es el coeficiente de reparto de una sustancia?
3. Diseñe un esquema que permita separar una mezcla de anilina ($R-NH_2$), β -naftol ($Ar-OH$, fenol) y p -diclorobenceno (neutro) en sus componentes y describa el procedimiento de purificación de cada uno en función de sus propiedades físicas.
4. Un alumno seca cuidadosamente una muestra de clorobenceno sobre $MgSO_4$, pero a continuación destila su producto directamente, sin separar el desecante. Indique y explique las dificultades que pueda encontrar.
5. Experimentalmente, se observa que un líquido destila entre 130–143 °C y presenta turbidez. Describa brevemente el fundamento y la finalidad de las siguientes operaciones que se realizan con él:
....el líquido se diluye en éter etílico, se añade sulfato magnésico anhidro y después se filtra y se elimina el disolvente a presión reducida..... (PRECAUCIÓN: No subir la temperatura del baño por encima de 30 °C).
6. Relacione los desecantes que se indican con los compuestos orgánicos que se desean secar:

	$n-BuNH_2$	$n-PrOH$	^iPr-Br	Et_2O	C_6H_6	$AcOEt$	$PhCl$	iPr_2NH
$MgSO_4$								
CaO								
Na								
KOH								
CaH_2								
P_2O_5								
$CaCl_2$								
K_2CO_3								

7. Formule las correspondientes reacciones químicas que tienen lugar cuando los desecantes de tipo “irreversible” que se indican en la cuestión anterior reaccionan con el agua.

P2 – Reacciones de N- y O-acilación: Síntesis de medicamentos y polímeros

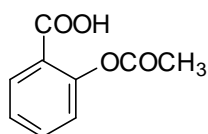
(Duración: 2 sesiones)

1. Introducción

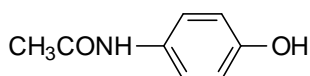
A lo largo de la historia, se han utilizado muchos productos naturales para curar enfermedades, obtenidos de plantas, de animales o de minerales. Por otra parte, se han realizado transformaciones químicas sobre estos compuestos naturales, a fin de obtener compuestos de mayor utilidad, o con menores efectos secundarios. Un ejemplo lo constituyen los analgésicos, compuestos que se emplean para reducir el dolor, o los antipiréticos, que disminuyen la fiebre.

La *aspirina* (ácido acetilsalicílico, ácido 2-acetoxibenzoico) es uno de los medicamentos de mayor uso y consumo mundial desde que fue sintetizado en 1899, por su conocida acción analgésica, antipirética y antiinflamatoria sobre el organismo. Asimismo su moderado efecto anticoagulante permite su utilización en la prevención del infarto de miocardio. Puede considerarse como uno de los primeros compuestos derivados de un producto natural: el ácido salicílico, presente en la corteza de los sauces (*salix alba*) como salicina (un glicósido de sabor amargo) o esterificado formando diversos ésteres, usados desde 1876, como es el caso del salicilato de metilo o aceite de gaulteria, ampliamente empleado como linimento. El 'Merck Index', que es una enciclopedia de compuestos químicos, fármacos y compuestos con actividad biológica, recoge la siguiente información sobre la aspirina: <<ácido acetilsalicílico; cristales monoclinos laminares o tipo aguja; p.f. 135° (calentamiento rápido); sin olor, pero en presencia de humedad ambiental se hidroliza lentamente dando ácidos acético y salicílico; un gramo se disuelve en 300 mL de agua a 25° y en 100 mL de agua a 37°, en 5 mL de alcohol y en 17 mL de cloroformo.>>

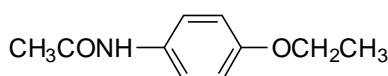
El *paracetamol*, al igual que la aspirina, tiene propiedades analgésicas y antipiréticas, pero no antiinflamatorias. También es un medicamento ampliamente utilizado, sobre todo por personas con problemas estomacales, ya que no produce los efectos secundarios de la aspirina. En el 'Merck Index' aparece bajo el epígrafe 'Acetaminophen', que es el nombre con el que se le conoce en Estados Unidos, con la siguiente información: <<grandes prismas monoclinos a partir de agua; p.f. 169-170.5°; muy poco soluble en agua fría, pero bastante en agua caliente; soluble en metanol, etanol, dimetilformamida, acetona y acetato de etilo; prácticamente insoluble en éter de petróleo y pentano.>>



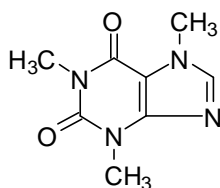
Aspirina
Acido acetilsalicílico



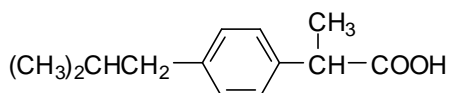
Paracetamol
4-Acetamidofenol



Fenacetina
p-Etoxiacetanilida



Cafeína



Ibuprofeno
Acido 2-(4-isobutilfenil)-propiónico

Principios activos habituales en analgésicos comerciales

El objetivo de esta práctica es, por una parte, la síntesis de dos compuestos de conocida actividad farmacológica (ácido acetilsalicílico y *p*-acetamidofenol o paracetamol) haciendo uso de reacciones de *O*- y *N*-acetilación habituales en los procesos de síntesis orgánica. En segundo lugar, utilizando estos compuestos como patrón, se investigará, por CCF, la composición de una serie de productos farmacéuticos comerciales de uso frecuente.

El ácido acetilsalicílico se preparará por acetilación del ácido salicílico comercial, con anhídrido acético en condiciones anhidras, y usando ácido sulfúrico como catalizador. Es decir, se llevará a cabo una esterificación empleando las condiciones más habituales para este tipo de reacciones.

En el caso del paracetamol, primero se solubilizará en agua la amina, convirtiéndola en su clorhidrato. Para poder acetilar ahora este grupo amino, es necesario neutralizar el correspondiente clorhidrato, empleando para ello un tampón acetato. Seguidamente se lleva a cabo la acetilación por adición de anhídrido acético al medio acuoso.

La mayor parte de los analgésicos que se consumen habitualmente suelen ser una mezcla de varios compuestos farmacológicamente activos, entre los que se pueden señalar el ácido acetilsalicílico, el paracetamol, el ibuprofeno y la cafeína, como los más abundantes. Utilizando la técnica de la CCF, se determinarán los componentes de una serie de analgésicos comerciales de uso habitual, para lo que se utilizarán como patrones los productos sintetizados en la práctica, junto a cafeína comercial.

2. Aparatos y material

2 Erlenmeyer 50 mL
2 Erlenmeyer 100 mL
1 embudo 4 cm
1 embudo büchner 4 cm
1 kitasato
1 matraz 100 mL B-29
1 tapón B-29
1 probeta 25 mL
1 probeta 100 mL
1 baño de hielo
1 baño de agua
1 placa agitación-calefacción
1 pieza de agitación
Pipetas Pasteur
1 termómetro normal

1 pipeta 5 mL
1 aspirapipetas
cromatofolios
1 cubeta para CCF
1 gradilla con 12 tubos de ensayo
2 vasos de precipitados 100 mL.
Capilares para p.f.
Capilares para cromatografía
Lámpara UV
Viales 6 mL
Bloque de p.f.
Varilla de vidrio
Algodón

3. Reactivos

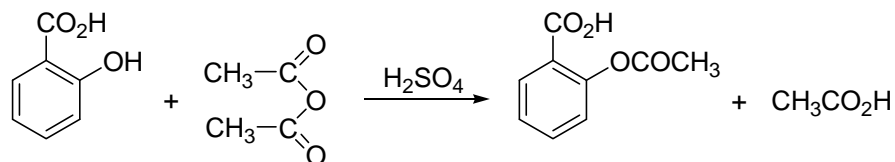
Ácido salicílico
Ácido clorhídrico 12 M
Acetato sódico trihidrato
Anhídrido acético
p-aminofenol
carbón activo

Acido sulfúrico concentrado
AcOEt/AcOH 99 : 1
Medicamentos problema
Patrón de cafeína
Etanol 96%

4. Procedimiento Experimental

5.1 Síntesis de Analgésicos

a) Ácido acetilsalicílico

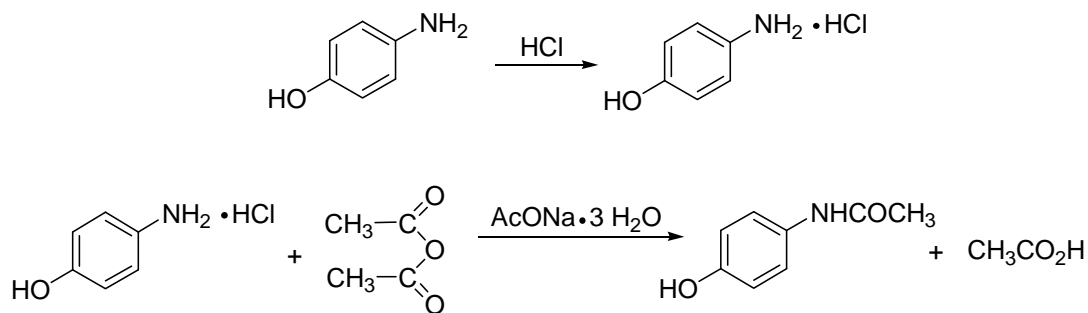


En un matraz de 100 mL se ponen, por este orden, 9 mmol de ácido salicílico, 26,5 mmol de anhídrido acético y 2-3 gotas de ácido sulfúrico concentrado. Al agitar la mezcla suavemente todo el ácido salicílico se disuelve; si no se observa la disolución espontánea en 5 min, puede iniciarse la reacción calentando, muy suavemente, el matraz en la placa. La reacción exotérmica que se produce mantiene la temperatura del matraz unos minutos; al cabo de unos 15 minutos la disolución se habrá enfriado a unos 35-40 °C y el contenido del matraz será una masa sólida de ácido acetilsalicílico.

Se añaden entonces 20 mL de agua fría para hidrolizar los restos de anhídrido acético, se agita bien la suspensión y los cristales se recogen por filtración en un embudo Büchner, lavándolos con agua muy fría y secando cuidadosamente. Pesar el producto obtenido y determinar el rendimiento obtenido.

Una parte de la aspirina sintetizada se guarda en un vial convenientemente etiquetado y el resto se recrystaliza de tolueno. Determinar el punto de fusión de ambas fracciones.

b) *p*-Acetamidofenol



En un Erlenmeyer de 100 mL se pesan 19 mmol de *p*-aminofenol y se añaden, sucesivamente 25 mL de agua y 1.6 mL de ácido clorhídrico 12 M con agitación, hasta que se disuelva totalmente el clorhidrato de la amina formado (se añade, alguna gota más de ácido clorhídrico si es necesario). La temperatura de la disolución debe mantenerse entre 40-50°C en todo momento.

Se prepara la disolución de la base necesaria para la acetilación disolviendo 2.5 g de acetato sódico trihidrato en 8 mL de agua en un erlenmeyer de 50 mL, y se añade, de una vez y con agitación, a la disolución templada del clorhidrato de la amina. Seguidamente se añaden rápidamente 21 mmol de anhídrido acético, manteniendo la temperatura y la agitación vigorosa durante 10 minutos.

Transcurrido ese tiempo se enfría la mezcla introduciéndola en un baño de agua-hielo, hasta que comienza la cristalización del paracetamol; a veces es necesario rascar un poco las paredes del recipiente para que comience la cristalización. Una vez iniciada la misma, se mantiene en el baño de agua-hielo para asegurar que cristaliza todo el compuesto. Los cristales de paracetamol bruto se filtran a vacío con el Büchner, lavándolos después con agua muy fría y secando cuidadosamente.

Una parte del paracetamol sintetizado se guarda en un vial convenientemente etiquetado y el resto se recrystaliza de agua. Determinar el punto de fusión de ambas fracciones.

NOTA: Si el fenol o el producto final contienen impurezas (reconocibles por el color oscuro que contamina los cristales), deben eliminarse por tratamiento de la disolución caliente con carbón activo durante 2-3 minutos, seguido por filtración en filtro de pliegues.

5.2 Análisis por CCF de los medicamentos sintetizados

Preparación de los patrones y el problema

NOTA: Puede prepararse un patrón de aspirina, paracetamol y cafeína comerciales para todo el grupo

1. Se preparan 2 mL de disolución patrón de concentración 2% (m:v) en etanol del 96%, de cada uno de los compuestos sintetizados (paracetamol y aspirina recrystalizados).
2. Se tritura cuidadosamente $\frac{1}{4}$ de pastilla del fármaco (aspirina y paracetamol comerciales), aplastándolo con la espátula entre papeles de filtro, hasta reducirlo a un polvo fino que se introduce en un vial convenientemente etiquetado. Se añaden 3 mL de etanol al 96%, se agita vigorosamente y se deja decantar la mezcla hasta que el líquido sobrenadante quede transparente. En la parte inferior del vial quedarán depositados los componentes de la pastilla utilizados como excipiente (generalmente almidón, celulosa microcristalina o gel de sílice).
3. Como método alternativo para eliminar los excipientes, puede utilizarse una pipeta Pasteur en la que se introduce un pequeño copo de algodón a modo de filtro, la muestra pulverizada, y a continuación 5 mL de etanol como eluyente.

Análisis por CCF de los compuestos obtenidos

1. En una placa de cromatografía dibujar una línea con lápiz a 1 cm del borde inferior y señalar en ella 4 puntos equidistantes.
2. Empleando capilares diferentes para aplicar cada compuesto, depositar una microgota de los dos compuestos sintetizados puros y los dos patrones comerciales en los puntos señalados. Se debe procurar que las manchas sean de un diámetro inferior a 0.5 mm y estén bien separadas (ver figura 2).
3. Examinar la placa a la luz UV para comprobar que se ha aplicado suficiente compuesto en cada una de las manchas y, si es necesario, añadir algo más a alguna de ellas. Comprobar también si hay que repetir la preparación de la placa porque se han mezclado dos manchas o hay salpicaduras.
4. Desarrollar el cromatograma empleando una mezcla AcOEt/AcOH 99:1 como eluyente. Cuando el frente del disolvente haya alcanzado una altura cercana al borde superior de la placa (aproximadamente 0.5 cm de distancia al mismo), sacar la placa de la cubeta y señalar la altura alcanzada por el mismo.
5. Calcular los R_f de los distintos patrones y compararlos con los de los compuestos sintetizados para determinar su identidad y pureza.

5.3 Análisis por CCF de un analgésico comercial de composición desconocida

1. Preparar una disolución patrón de cafeína y de la muestra de analgésico comercial de composición desconocida siguiendo el procedimiento descrito anteriormente.
2. En una placa de cromatografía dibujar una línea con lápiz a 1 cm del borde inferior y señalar en ella 4 puntos equidistantes.
3. Con un capilar de CCF, depositar una microgota de la solución problema en un punto central de la línea. En el resto de los puntos señalados, depositar microgotas análogas correspondientes a aspirina, paracetamol y cafeína.
4. Proceder como en el apartado anterior, y desarrollar el cromatograma empleando una mezcla AcOEt/AcOH 99:1 como eluyente. Cuando el frente del disolvente haya alcanzado una altura cercana al borde superior de la placa (aproximadamente 0.5 cm de distancia al mismo), sacar la placa de la cubeta y señalar la altura alcanzada por el mismo.
5. Calcular los R_f de los distintos patrones y compararlos con los del compuesto problema.
6. Determinar los componentes del analgésico problema.

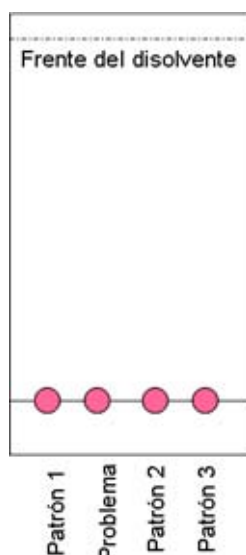


Figura 2

5.4. Elaboración de una poliamida (Nylon 6,6)

En un vaso de precipitados de 100 mL se introducen 5 mL de una disolución de cloruro de adipilo en diclorometano al 5%. A continuación se añaden, cuidadosamente y sin dejar que se mezclen las fases (dejando que resbale lentamente a lo largo de la pared del vaso levemente inclinado), 5 mL de una disolución acuosa de 1,6-hexametiléndiamina al 5% y 3 gotas de disolución de hidróxido sódico al 38 %.

En la interfase de los dos líquidos se formará inmediatamente una película de nylon. Con unas pinzas o con la punta de la espátula se despega suavemente el polímero de las paredes del vaso de precipitados, se junta la masa en el centro y se levanta lentamente de manera que la poliamida vaya formándose continuamente y se obtenga un hilo de gran longitud. Este se puede ir enrollando alrededor de un tubo de ensayo o depositarlo en un segundo vaso de precipitados. El hilo o cordel puede romperse si se estira con demasiada rapidez. La reacción continúa hasta que los reactivos se consumen completamente.

Finalmente se agitan fuertemente las dos fases para obtener más polímero. El polímero obtenido se lava concienzudamente varias veces con acetona-agua al 50% y se presiona sobre papel para eliminar los restos de humedad. Se deja secar y se pesa.

Cuestiones.

- 1.- ¿Por qué debe utilizarse material y reactivos perfectamente secos en la síntesis de la aspirina?
2. ¿Por qué puede emplearse el agua como disolvente en la síntesis de paracetamol?
- 3.- Formular el mecanismo completo de ambas síntesis. ¿Qué misión tiene la adición de ácido sulfúrico en la síntesis de la aspirina?
- 4.- La aspirina es relativamente insoluble en agua. ¿Por qué no se utiliza este disolvente para purificarla por recristalización, como en el caso de ácido salicílico?
- 5.- En ocasiones, un frasco de aspirina recién abierto puede tener un olor característico a vinagre. ¿Qué nos sugiere este olor con respecto al medicamento contenido en la muestra? ¿Qué efectos podríamos esperar de la ingestión de la misma?
- 6.- ¿Afecta al factor de retención del ácido acetilsalicílico la presencia de cafeína en la cafiaspirina?
- 7.- Se desean preparar 2,5 g de 4-acetoxiacetanilida a partir de 4-hidroxianilina (riqueza del 97 %) y anhídrido acético. Suponiendo un rendimiento práctico del 85 %, calcule las cantidades necesarias de los reactivos.

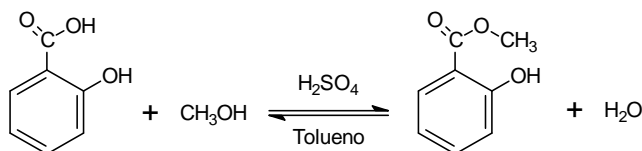
P3 – SÍNTESIS DE SALICILATO DE METILO

(Duración: 1 sesión)

1.1. Introducción

El salicilato de metilo fue aislado por primera vez por extracción de la *Gaultheria procumbens*, por lo que se le conoce tradicionalmente como aceite de gaulteria. Debido a su propiedades analgésicas y antiinflamatorias, se emplea fundamentalmente en diversos linimentos y pomadas de uso tópico.

La preparación de salicilato de metilo se llevará a cabo mediante una esterificación de Fischer del ácido salicílico con metanol, catalizada por ácido sulfúrico. En estas condiciones, la reacción supone un proceso reversible, en el que la posición de equilibrio no es favorable a la formación del éster. Para desplazar el equilibrio en la dirección deseada, un procedimiento muy habitual consiste en eliminar el agua formada por destilación azeotrópica utilizando un Dean-Stark, llevando a cabo la reacción en presencia de un ligero exceso de alcohol. De esta forma, pueden conseguirse elevados rendimientos partiendo de reactivos baratos y asequibles como son los ácidos carboxílicos y alcoholes.



1.2. Reactivos:

Ácido salicílico (58 mmol)

Metanol (100 mmol)

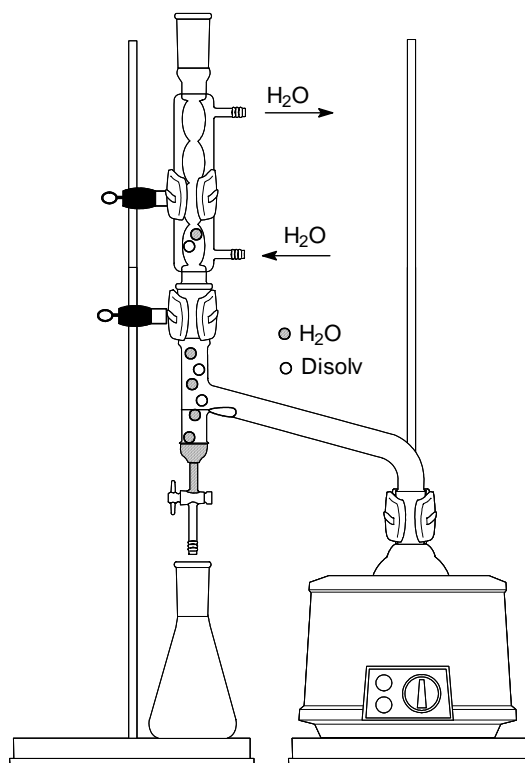
Ácido sulfúrico (1 mL)

Tolueno: 40 mL

Disolución saturada de NaHCO₃

1.3. Procedimiento experimental

En un matraz esférico de 100 mL, provisto de aparato Dean-Stark y refrigerante de reflujo (ver montaje) se introducen 58 mmol de ácido salicílico, 100 mmol de metanol, 1 mL de ácido sulfúrico, 40 mL de tolueno y dos trocitos de plato poroso. Una vez montado el sistema, se adiciona más tolueno por la parte superior del refrigerante hasta que se llene el depósito del Dean-Stark. A continuación, la mezcla se calienta (preferentemente con manta eléctrica) y se mantiene a reflujo durante dos horas. Transcurrido este tiempo, se deja enfriar a temperatura ambiente, y se vierte cuidadosamente sobre un vaso de precipitados que contenga 50 mL de disolución saturada de NaHCO₃. Después de agitar en un embudo de extracción, la fase acuosa se desecha y la fase orgánica se lava con sucesivas porciones de 15 mL de disolución saturada de NaHCO₃ hasta eliminar todo el ácido de partida (¿Cómo se comprueba?). Después de secar con sulfato magnésico, el disolvente se elimina en el rotavapor. Dos gotas del bruto de reacción obtenido se guardan en un vial para analizarlo por cromatografía en placa fina, y el resto se destila a vacío (anotar la temperatura de ebullición, para calcular la presión del sistema). El éster obtenido se pesa para calcular el rendimiento, determinándose su pureza por cromatografía en placa fina.



1.4. Cuestiones

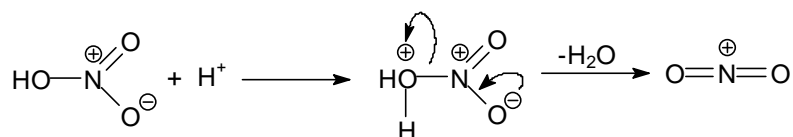
- 1.- Formúlese un mecanismo detallado para la reacción de esterificación realizada.
- 2.- En este caso, para desplazar el equilibrio hacia la formación del ester, se ha llevado a cabo la eliminación de agua mediante un Dean-Stark. Indicar otros métodos para aumentar el rendimiento del proceso.
- 3.- ¿Por qué se utiliza disolución saturada de NaHCO₃ durante la extracción? ¿Qué pasaría si se emplease una disolución de NaOH al 5%?
- 4.- Cuando se esterifica ácido p-metilbenzoico con etanol en presencia de un poco de ácido sulfúrico y utilizando el propio alcohol como disolvente, la mezcla de reacción puede contener cinco sustancias: ácido de partida sin reaccionar, etanol, agua, p-metilbenzoato de etilo y ácido sulfúrico. Indíquese el procedimiento a seguir para la separación, aislamiento y purificación del ester.

P4 – NITRACIÓN DEL CLOROBENCENO

(Duración: 2 sesiones)

1. Introducción

La nitración del clorobenceno es un ejemplo de reacción de sustitución electrófila aromática. El verdadero reactivo es el ion nitronio, NO_2^+ , que se forma en este caso por la acción del ácido sulfúrico, un ácido muy fuerte. Las sales de nitronio son especialmente higroscópicas y muy inestables, por esa razón se generan *in situ*, como en el presente caso.



La nitración es una reacción bastante general de derivados aromáticos; de ahí que incluso el clorobenceno, que posee un sustituyente desactivante, pueda convertirse con buenos rendimientos en los productos mononitrados (*orto*- y *para*-cloronitrobenceno).

Algunos nitrocompuestos de carácter aromático son importantes intermedios para la síntesis de productos de consumo, tales como los colorantes azoicos, algunas drogas antibacterianas, etc. Ello se debe a que el grupo nitro puede ser fácilmente reducido a amina y se introduce con relativa facilidad, como ya hemos indicado. Por otra parte, la inclusión del grupo nitro en un compuesto aromático modifica sensiblemente las propiedades físicas de este compuesto por su polaridad intrínseca; por ejemplo, se incrementa la solubilidad en disolventes polares y aumenta el punto de fusión y de ebullición; también se modifican fuertemente sus propiedades espectroscópicas (se desplaza la longitud de onda de absorción hacia el visible). De todo ello se tomará buena nota en el presente experimento al comparar las propiedades del clorobenceno y de sus derivados mononitrados isómeros, el *orto*- y el *para*-cloronitrobenceno.

Además, en este experimento se analiza la mezcla de reacción por cromatografía en capa fina. Ambos isómeros se aislarán de la mezcla por cromatografía preparativa en columna de gel de sílice usando como eluyente una mezcla de disolventes previamente optimizada.

2. Material y aparatos.

Erlenmeyer 250 mL
Erlenmeyer 100 mL
Embudo de extracción 250 mL
Embudo cónico
Matraz esférico 100 mL B-29
Matraz 50 mL de dos bocas B-14
Termómetro
Probeta 25 mL
Imán
Pipeta de 5 mL
Aspirapipetas

Embudo de adición
Columna de cromatografía
Cubeta de cromatografía 8 x 8 cm
Capilares de puntos de fusión
Capilares para aplicación en CCF
Pipetas Pasteur
Cromatofolios
Agitador magnético
Tubos de ensayo
Papel de filtro
Vaso de precipitados 250 mL

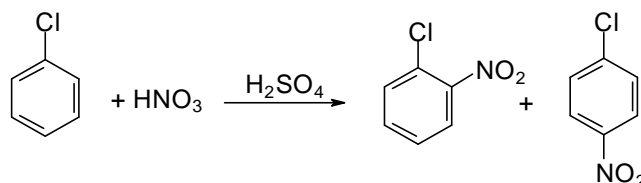
3. Reactivos y disolventes.

Clorobenceno
HNO₃
H₂SO₄
Diclorometano
Sulfato magnésico anhidro
Disolución acuosa de NaHCO₃ al 10%

Gel de sílice flash
Arena de mar
Algodón
Hexano
Acetato de etilo

4. Procedimiento Experimental.

Parte A: Síntesis



En un matraz esférico de dos bocas y de 50 mL de capacidad, provisto de un agitador magnético, un embudo de adición y un refrigerante de reflujo, se colocan 9,43 mmol de clorobenceno y 10 mL de diclorometano. Desde un embudo de adición se añade la *mezcla nitrante*, previamente enfriada, muy lentamente y con agitación suave, de manera que la temperatura de la mezcla no sobrepase los 30°C (**NOTA 1**). Una vez que se ha completado la adición (aproximadamente 5 minutos), la mezcla se calienta a reflujo durante 30 min con agitación (**NOTA 2**). Después se vierte la mezcla de reacción cuidadosamente en un vaso de precipitados de 100 mL provisto con hielo picado (~25 mL) y se extrae con 2 x 20 mL de diclorometano (DCM). La fase orgánica se lava con agua (2 x 25 mL) y, seguidamente, con una disolución de NaHCO₃ al 10% (20 mL) (**NOTA 3**). A continuación, se lava con agua (10 mL), se separa la fase orgánica y se seca sobre sulfato magnésico anhidro, se filtra y se evapora el disolvente a presión reducida (**NOTA 4**). El residuo se enfría, se pesa y se determina su punto de fusión (**NOTA 5**).

NOTA 1. La mezcla nitrante se prepara mezclando 2 mL de HNO₃ y 2 mL de H₂SO₄. ¡PRECAUCIÓN!: Los ácidos concentrados se vierten siempre sobre agua y no al revés, y no se pipetea con la boca. En este caso el orden de adición es HNO₃ y después H₂SO₄, siempre muy lentamente y rodeando el erlenmeyer usado en la preparación con hielo picado. La agitación suave ayuda a la disipación del calor (mucho cuidado con el manejo de los ácidos y de la mezcla nitrante, ya que es corrosiva para la piel).

NOTA 2. La reacción se lleva a cabo en medio heterogéneo, por lo que es conveniente que la mezcla de reacción se agite vigorosamente durante ese tiempo.

NOTA 3. Siga con atención los cambios de densidad relativa de la fase orgánica y de la fase acuosa pues no sólo depende de la densidad de los disolventes (DCM > H₂O), sino también de la naturaleza y de la concentración de los productos extraídos en ambas fases.

NOTA 4. Elevar la temperatura del baño hasta 50 °C. Es **necesario** eliminar muy bien el clorobenceno que haya quedado sin reaccionar.

NOTA 5. Mientras se lleva a cabo la reacción de nitración descrita en la **Parte A** se ensayarán condiciones de separación por CCF de los componentes de una muestra patrón de *orto*- y *para*-cloronitrobenceno al objeto de aplicar estos resultados en la **Parte B**. Siguiendo las instrucciones del profesor se ensayarán: hexano, hexano/AcOEt=9/1, hexano/AcOEt=1/1. Determine el *R_f* de los dos compuestos en cada caso.

Parte B: Separación y aislamiento de los isómeros orto/para por cromatografía en columna de gel de sílice.

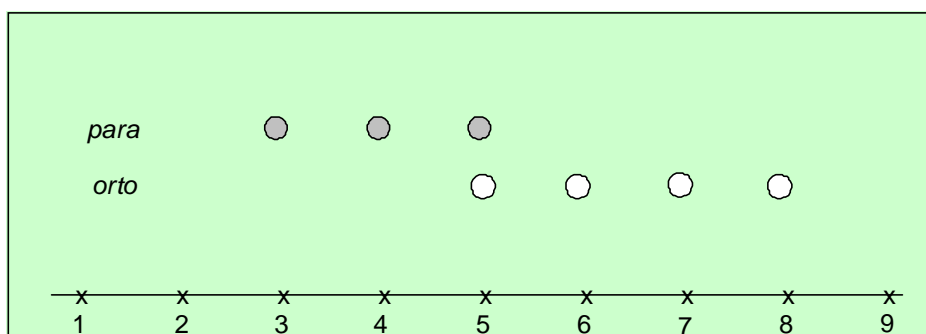
Se procederá siguiendo el método operatorio descrito en el Apéndice: *Cromatografía en capa fina y en columna*, introduciendo la muestra dispersada en el disolvente y utilizando como eluyente la mezcla elegida previamente como óptima.

La columna se rellena con 15 g de gel de sílice para cromatografía a media presión (gel de sílice "flash") y se compacta empleando n-hexano. Como muestra, se pesa una cantidad exacta en torno a **300 mg** del sólido crudo procedente de la reacción (*para/orto* 66/34), y se introduce **homogeneizada con el adsorbente**.

Una vez introducida la muestra, se eluye con la mezcla de disolventes recogiendo de 5 a 6 mL de eluyente en cada tubo (Volumen aproximado necesario de mezcla de disolventes: 200 mL).

Después de analizar el contenido de los tubos por CCF, se juntan las fracciones que son puras e idénticas y se evapora el disolvente a presión reducida. A continuación, se pesan estas fracciones y se calcula el rendimiento teniendo en cuenta el rendimiento de la etapa de purificación y el **peso total** del producto crudo obtenido.

NOTA: La separación de los dos isómeros debe seguir un desarrollo similar al mostrado en la figura; cuanto menor sea el número de tubos con mezcla de compuestos, mayor será la eficacia de la separación



Cuestiones

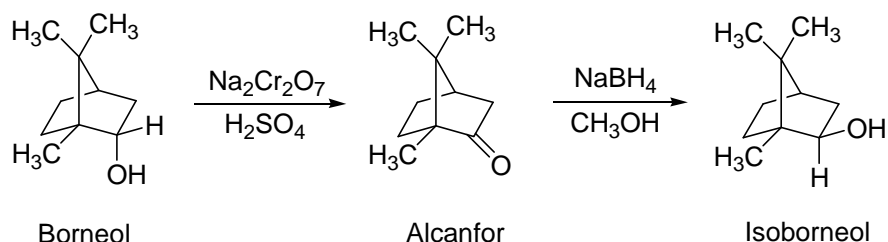
1. ¿Qué puede suceder si sube la temperatura de la mezcla de reacción por encima de 30 °C?
2. ¿Por qué se lava la fase orgánica con NaHCO_3 ?
3. Justifique el procedimiento **completo** seguido para el aislamiento del crudo de reacción: "*Después se vierte la mezcla de reacción cuidadosamente.....y se evapora el disolvente a presión reducida (NOTA 4)*".
4. Se desean obtener 8 g de 4-metoxinitrobenceno a partir de metoxibenceno. Suponiendo un rendimiento práctico del 60%, calcule la cantidad de metoxibenceno que debe utilizar.
5. En relación al comportamiento observado para el clorobenceno, ¿qué diferencias tanto de velocidad como de orientación cabría esperar en la nitración de: a) bromobenceno; b) nitrobenceno; c) benceno; d) tolueno; e) acetanilida?

P5 – SÍNTESIS DE ALCANFOR E ISOBORNEOL

(Duración: 1,5 sesiones)

1. Introducción

El objetivo de esta práctica es la interconversión de grupos funcionales mediante procesos de oxidación y reducción. Para ello, se transformará el borneol en isoborneol pasando a través de la correspondiente cetona, que es el alcanfor.



Los *borneoles* son productos naturales, en concreto monoterpenos bicíclicos, que poseen un origen biosintético común y se encuentran en una gran variedad de organismos vivos. Los primeros terpenos se aislaron de las plantas, sometiendo éstas a una destilación en corriente de vapor. Los compuestos así obtenidos se llamaron *aceites esenciales*, y su estudio se inició en el siglo XVI debido a su interés en perfumería. Los *borneoles* tienen propiedades terapéuticas ya que en un estudio realizado en ratones se ha demostrado que el borneol y el isoborneol presentes en el aceite de valeriana producen un efecto sedante. La importancia de estos compuestos se debe a su relación con el alcanfor, ya que son intermedios en la síntesis de éste diseñada a partir de α -pineno.

El alcanfor (1,7,7-trimetilbicyclo[2.2.1]heptano-2-ona) se aísla del árbol del alcanfor (*cinnamomun camphora*). Desde el punto de vista estructural posee dos centros estereogénicos, pero solo se conocen dos estereoisómeros que son enantiómeros entre sí, de los cuales el dextro (1*R*,4*R*) es el producto que se encuentra en la naturaleza y el más abundante. Debido a su penetrante y agradable olor, se ha utilizado con fines medicinales, si bien carece de efectos terapéuticos. La principal aplicación del alcanfor es como plastificante en la fabricación de celuloide, aunque hoy día su importancia ha disminuido debido a la sustitución de este material por otros plásticos.

En esta práctica se realiza la preparación de **isoborneol** a partir de su epímero, el **borneol**. Ambos son alcoholes secundarios y sus estructuras difieren únicamente en la configuración del carbono unido al grupo hidroxílico. Para transformar el borneol en isoborneol es necesario, por tanto, invertir la configuración del carbono indicado. Para ello se utilizarán dos reacciones habituales en la química de alcoholes y cetonas: a) la oxidación de alcoholes secundarios, que conduce a la correspondiente cetona y b) la reducción de una cetona al/los alcohol/les secundario/s. La oxidación del borneol se lleva a cabo con un oxidante convencional (dicromato sódico en medio ácido) y conduce al **alcanfor**, cetona que se reduce con borohidruro sódico en metanol. Este reductor actúa transfiriendo "hidruro" al sustrato por su cara menos impedida, por lo que el producto principal de la reacción es el isoborneol.

2. Oxidación de Borneol a Alcanfor

2.1. Aparatos y Material

2 Erlenmeyer de 100 mL	1 Matraz 50 mL 2 bocas B-14
1 Cubeta de acero (baño de hielo)	1 Matraz 100 mL B-29
1 Vidrio de reloj	1 Sublimador
1 Probeta de 25 mL	1 Pipeta de 5 mL
1 Embudo de adición	1 Pieza de agitación
1 Embudo cónico	1 Magnetoagitador
1 Embudo de decantación 250 mL	Capilares para puntos de fusión
1 Refrigerante de bolas B-14	

2.2. Reactivos y disolventes

Borneol	Sulfato magnésico anhidro
Dicromato sódico	Disolución de bicarbonato sódico 5%
Ácido sulfúrico conc. 96%	Éter etílico

2.3. Procedimiento Experimental

Preparación de la mezcla crómica: Sobre una disolución fría (baño de hielo) de 2,8 mmol de dicromato sódico en 2,5 mL de agua se añaden, cuidadosamente, 0,6 mL de ácido sulfúrico concentrado y la mezcla oxidante se mantiene en baño de hielo hasta su utilización.

NOTA: ¡PRECAUCIÓN!: Los ácidos concentrados no se pipetea con la boca. En este caso el orden de adición es $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ y después H_2SO_4 , siempre muy lentamente y rodeando el erlenmeyer usado en la preparación con hielo picado.

En un matraz de dos bocas de 50 mL provisto de refrigerante de reflujo, embudo de adición y pieza de agitación, se ponen 3,25 mmol de borneol y 4 mL de éter etílico. La disolución se enfría en un baño de hielo y se añaden, gota a gota y con agitación, la mezcla oxidante previamente preparada. Terminada la adición, la mezcla de reacción se agita 5 minutos más a 0°C y se pasa a un embudo de decantación. El matraz de reacción se lava primero con 10 mL de éter etílico y después con 10 mL de agua y ambos líquidos de lavado se añaden a la mezcla contenida en el embudo de decantación. A continuación, se decanta la fase etérea (se puede añadir más agua al embudo para ver mejor la separación de las fases) y la fase acuosa se extrae con éter etílico (2 x 10 mL). Los extractos etéreos se juntan y se lavan con 10 mL de disolución de bicarbonato sódico al 5% y después con 10 mL de agua. La fase orgánica se decanta y se seca sobre sulfato magnésico anhidro. El desecante se filtra, el disolvente se elimina por destilación a presión reducida (rotavapor) **sin calentar** y se pesa el residuo. El producto crudo obtenido se purifica por sublimación y se determina su punto de fusión utilizando un capilar cerrado por los dos extremos.

3. Reducción de Alcanfor a Isoborneol

3.1 Aparatos y Material

1 Matraz de 50 mL de dos bocas	1 Cubeta de acero (baño de hielo)
1 Pipeta de 5 mL	1 Embudo Büchner
1 Vaso de 100 mL	1 Kitasato
1 Vidrio de reloj	1 Magnetoagitador
1 Sublimador	1 Vial con tapón
	1 Capilar para puntos de fusión

3.2. Reactivos y disolventes

Alcanfor
Borohidruro sódico
Metanol

3.3. Procedimiento Experimental

NOTA: Indispensable el uso de vitrina. La manipulación del borohidruro sódico debe realizarse con extremo cuidado y el material utilizado para llevar a cabo esta reacción debe estar completamente seco.

En un matraz de 50 mL provisto de dos bocas y refrigerante de reflujo se disuelven 1,7 mmol del alcanfor obtenido anteriormente en 2 mL de metanol y se añaden 4,0 mmol de borohidruro sódico en pequeñas porciones. La mezcla de reacción debe mantenerse a temperatura ambiente, por lo que si es necesario se enfriará en un baño de hielo. Terminada la adición, la mezcla se calienta sobre la placa del magnetoagitador durante un minuto y después se introducen unos 5-10 g de hielo picado en el matraz, precipitando un sólido blanco que se separa por filtración. El producto obtenido se seca, se pesa, y una muestra pesada del mismo se purifica por sublimación. A continuación se determina el punto de fusión utilizando un capilar cerrado por ambos extremos. Finalmente, se calcula el rendimiento global de la transformación realizada.

Cuestiones.

- 1.- Suponiendo que la transformación de borneol en isoborneol se produce con un rendimiento global del 63%, ¿de cuántos gramos de borneol debemos partir para obtener 1,5 g de isoborneol?. ¿Qué rendimiento tendría la reacción de oxidación de borneol a alcanfor si se obtuvieron 1,92 g de este último?. Considerando los datos de los apartados anteriores, ¿cuál es el rendimiento de la reducción del alcanfor?.
- 2.- Formule el mecanismo de la reducción de (1*R*,4*R*)-alcanfor con NaBH₄ en metanol y justifique el resultado estereoquímico observado.
- 3.- Formule y nombre todos los productos que se obtienen en la reducción de (1*R*,4*R*)-alcanfor con NaBH₄. ¿Qué relación mantienen entre ellos?.
- 4.- Cuando se registra el espectro de Infrarrojo (IR) del producto de la reducción de alcanfor, se aprecia que quedan aún cantidades significativas de éste junto con el alcohol mayoritario. Proponga un procedimiento alternativo para separar el isoborneol obtenido, basándose en las propiedades físicas y químicas de los compuestos implicados.
- 5.- ¿Por qué no debe calentarse el baño del rotavapor durante el aislamiento del alcanfor?

P6 – SÍNTESIS DIASTEREOESPECÍFICA DE UN EPÓXIDO

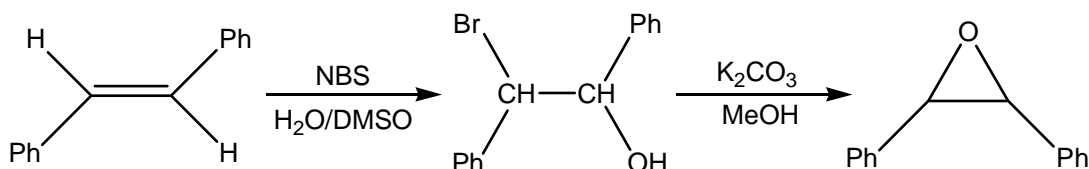
(Duración: 1,5 sesiones)

1. Introducción

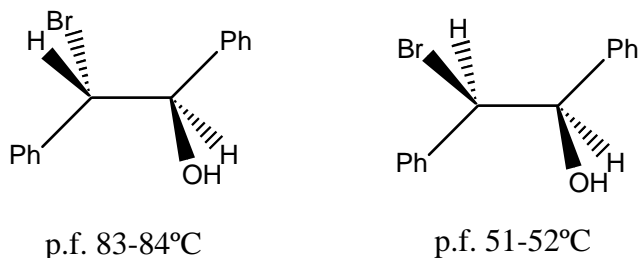
Los epóxidos son compuestos útiles como intermedios en síntesis orgánica, al presentar en su estructura un anillo de tres eslabones que se abre con facilidad tanto en medio básico como en medio ácido.

Por otra parte, el anillo de oxirano se encuentra presente en una gran variedad de compuestos orgánicos con actividad biológica sobre los sistemas nervioso y hormonal, y con actividades fungicidas, antibacterianas, antimaláricas y anticancerígenas. Concretamente el *trans*-estilbeno y el óxido de *trans*-estilbeno presentan significativa actividad estrogénica en el tratamiento del cáncer de próstata y de mama, así como en la prevención de abortos.

En esta práctica se pretende la epoxidación de un alqueno a través de dos importantes reacciones: preparación de la bromohidrina del alqueno y formación del epóxido por reacción de sustitución nucleofila intramolecular.

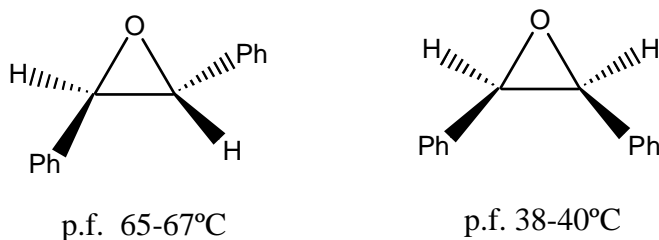


La primera cuestión es si la formación de la bromohidrina es o no estereoespecífica. Los dos diastereomeros que pueden formarse son:



Puesto que la diferencia de p.f. es suficientemente grande, la determinación del mismo permite comprobar que se obtiene la bromohidrina eritro (p.f. 83-84°C) y que la reacción es estereoespecífica.

La segunda cuestión es si la sustitución nucleofila del bromo tiene lugar con inversión o con retención de la configuración. De nuevo la cuestión puede ser resuelta con la determinación del p.f. que confirma la obtención del óxido de *trans*-estilbeno.



La confirmación final se realiza con los espectros de RMN. Discutir los desplazamientos químicos en ^1H y ^{13}C de los protones y carbonos del anillo de oxirano.

2. PROCEDIMIENTO

2.1. Síntesis de la Bromohidrina del *trans*-estilbeno

A una disolución de 1g (5,5 mmol) de *trans*-estilbeno en agua (0,5 mL) y DMSO (15 mL) se le añade en pequeñas porciones 1,8 g (15,2 mmol) de NBS (**Nota 1**). La mezcla de reacción se agita durante 30 minutos (**Nota 2**), y se vierte en 50 mL de agua-hielo. La mezcla lechosa se transfiere a un embudo de extracción, se diluye con 20 mL de agua y se extrae tres veces con éter etílico (3x30 mL) (**Nota 3**). Los extractos orgánicos se lavan con 50 mL de agua, y con 50 mL de disolución saturada de NaCl, se secan sobre sulfato magnésico anhidro y se elimina el disolvente a presión reducida. La bromohidrina del *trans*-estilbeno (¿eritro o/y treo?) se purifica por recristalización en hexano (**Nota 4**).

Notas

1. La bromohidrina se prepara en matraz de dos bocas con refrigerante (no hace falta gomas para el refrigerante) y pieza de agitación. **La reacción se realiza en vitrina.** Es importante que el *trans*-estilbeno esté solubilizado para mejorar la conversión. Para ello calentar suavemente con placa (no con baño de agua), hasta la total disolución del *trans*-estilbeno, dejando enfriar la disolución a T^a ambiente, antes de la adición de NBS. La adición de la NBS se realizará en porciones durante 15 minutos. La NBS es muy irritante para la piel y se deben utilizar guantes para su manipulación.
2. La reacción se puede seguir por cromatografía en placa fina (cromatofolios de gel de sílice, hexano/acetato de etilo, 20:1). Para ello, sacar la muestra de la reacción y extraer en un vial pequeño con agua/éter. Pinchar de la fase etérea directamente. En las condiciones de reacción queda *trans*-estilbeno sin reaccionar al cabo de 30 min. Se discutirán soluciones entre los alumnos para mejorar la conversión.
3. No hace falta filtrar a través de celita el sólido que aparece durante la extracción (NBS mayoritariamente). Este sólido se puede descartar fácilmente haciéndolo pasar a la fase acuosa.
4. La recristalización debe ser lenta para evitar co-recristalización de *trans*-estilbeno. La pureza del producto obtenido se determina por p.f. y por c.c.f. Los cristales se lavan con hexano frío.

2.2. Síntesis de Óxido de *trans*-Estilbeno

Una disolución de 150 mg (0,54 mmol) de bromohidrina en 10 mL de metanol y 125 mg (0,90 mmol) de carbonato potásico anhidro se agita vigorosamente (**Nota 5**). Cuando la reacción se completa, se añaden 20 mL de agua y se extrae con hexano (2x10 mL). La fase orgánica se seca sobre sulfato magnésico y se elimina el disolvente a presión reducida, aislándose el óxido de *trans*-estilbeno (**Nota 6**). Calcular el rendimiento y el punto de fusión.

Notas

5. La reacción se puede seguir por c.c.f., gel de sílice(hexano/acetato de etilo, 20:1). Pinchar a los 5 min. directamente de la reacción y posteriormente cada 4 o 5 min hasta que la reacción se complete totalmente.
6. La recristalización no es necesaria debido al grado de pureza con que se obtiene el crudo de reacción. Comprobar con el p.f.

Ciaccio J.A., *J. Chem. Educ.*, 1995, 72,1037

BIBLIOGRAFÍA

1. D.L. Pavia, G.M. Lampman, G.S. Kriz Jr., *"Química Orgánica Experimental"*. Eunibar, Barcelona, 1978.
2. C.F. Wilcox Jr., *"Experimental Organic Chemistry. A Small-scale Approach"*. MacMillan Publishing Company, New York, 1988
3. K.L. Williamson, *"Macroscale and Microscale Organic Experiments"*, D.C. Heath & Co, Lexington, Massachusetts, 1989.; Houghton Mifflin Co., New York, 1999
4. R.Q. Brewster, C.A. VanderWerf, W.E. McEwen, *"Curso Práctico de Química Orgánica"*, Alhambra, Madrid, 1982.
5. M.A. Martínez Grau, A.G. Csáky, *"Técnicas experimentales en síntesis orgánica"*, Ed. Síntesis, Madrid, 2001.
6. H.D. Durst, G.W. Gokel, *"Química Orgánica Experimental"*, Ed. Reverté, Barcelona, 1985
7. The Merck Index.
8. Rodríguez Yunta, M. J.; Gómez Contreras, F.: *"Curso experimental en Química Orgánica"*, Editorial Síntesis, 2008. ISBN: 978-84-975655-9-2.

Apéndice: CROMATOGRAFÍA EN CAPA FINA Y EN COLUMNA

1. Cromatografía en capa fina.

NOTA: El alumno recibirá las placas cortadas por el Profesor, así como los capilares; deben prepararse ambas cosas con antelación y elegir las placas de forma que su tamaño se ajuste a las necesidades.

1. Se traza con lápiz una línea a 1 centímetro del borde, y sobre ella se marcan los puntos de aplicación de manera que la separación entre puntos sea de 0,5 cm, aproximadamente.
2. Se introduce un capilar de cromatografía en una disolución de la muestra en el disolvente adecuado, y se aplica sobre el punto marcado. Entre cada una de las muestras aplicadas, el capilar debe limpiarse empleando disolvente limpio.
3. Antes de proceder a la elución de la placa, se coloca bajo la lámpara UV para asegurarse de que todos los puntos tienen suficiente cantidad de muestra, y que no hay solapamientos entre las manchas. *Si alguno de los puntos presenta una coloración muy débil, o no se ve nada, hay que volver a aplicar más muestra sobre el mismo punto de aplicación hasta que la mancha sea perfectamente visible. En caso de que se observen manchas por salpicaduras, así como manchas demasiado grandes o solapadas unas con otras, es preferible repetir la placa.*
4. La placa ya sembrada se introduce en la cubeta de cromatografía, en la que se ha depositado la mezcla de disolventes adecuada hasta una altura de unos 0,5 cm.
5. Cuando el frente del disolvente alcanza una altura de 0,5-1 cm desde el borde superior, se saca la placa de la cubeta, se traza una línea a la altura exacta a la que ha llegado el disolvente, se deja secar y se somete a la luz UV para analizar las manchas y marcar su contorno y altura.
6. Calcular el R_f del componente (o componentes) de la sustancia problema y compararlos con los de los patrones.

2. Cromatografía en columna.

Llenado de la columna

1. Introducir una pequeña cantidad de algodón con ayuda de una varilla en el estrechamiento de la columna, procurando que no quede muy apelmazado para no dificultar el paso del eluyente durante la separación cromatográfica.
2. Sujetar firmemente la columna en posición vertical a un soporte (por dos puntos).
3. (*Opcional*) Introducir una pequeña cantidad de arena de forma que quede un lecho uniforme sobre la base de algodón (aprox. 1 cm de espesor).
4. Preparar una suspensión (o *papilla*) con el adsorbente (en este caso, gel de sílice) y el disolvente que se va a utilizar como eluyente (elegir el menos polar si se va a emplear una mezcla).
5. Colocar un matraz erlenmeyer debajo de la columna, añadir un poco del disolvente utilizado para preparar la papilla e introducir ésta en la columna con ayuda de un embudo de sólidos. La columna se golpea ligeramente con la mano o con ayuda de un trozo de goma para que el adsorbente se deposite de manera uniforme, a la vez que se abre la llave de la columna para permitir la salida del disolvente. *Es muy importante evitar la formación de grietas, burbujas o grumos durante el proceso de llenado y compactado de la columna, ya que pueden afectar a la separación.* Las paredes de la columna se lavan con pequeñas cantidades del disolvente utilizado para eliminar los

restos de adsorbente. **El proceso de compactado puede agilizarse con ayuda de un compresor, que se adapta a la parte superior de la columna mediante un septum.**

6. Una vez compactada la columna, se deja eluir el disolvente hasta cubrir ligeramente el adsorbente y se cierra la llave de la columna. [*Opcionalmente*, se puede añadir un lecho de arena (aprox. 1 cm de espesor) con objeto de proteger el frente de las salpicaduras que pueden producirse al añadir la muestra a separar y nuevas cantidades de eluyente. En este caso el nivel del disolvente debe quedar ligeramente por encima del nivel de la arena.
7. La superficie superior del adsorbente (o, en su caso, de la franja de arena) deben quedar perfectamente horizontales para una buena separación. *El adsorbente no debe secarse nunca* ya que se formarían canales y burbujas de aire que dificultan la separación.

Introducción de la muestra.

A. Muestra en disolución.

1. Disolver la muestra en la mínima cantidad (1 mL) de disolvente o mezcla de disolventes que se va a utilizar como eluyente e introducirla directamente, con ayuda de una pipeta, en la parte superior de la columna, sin que se deforme el frente del adsorbente.
2. Abrir la llave de la columna hasta que la disolución enrase el nivel de la arena. Se cierra la llave y se añaden 0.5 mL de eluyente. Se vuelve a abrir la llave y se repite la operación hasta que el sobrenadante quede incoloro. De este modo la muestra se adsorbe en una banda lo más estrecha posible lo que permitirá una mejor separación.

B. Muestra dispersada en el adsorbente.

1. Depositar una pequeña cantidad (una o dos puntas de espátula) del adsorbente utilizado (en este caso, gel de sílice) en un vaso de precipitados de 100 mL, añadir una disolución de la muestra en 1 mL de diclorometano (en general, en un disolvente en el que la muestra sea perfectamente soluble) y mezclar íntimamente. Al evaporarse el disolvente, el adsorbente debe quedar perfectamente desagregado y suelto.
2. La muestra adsorbida en la gel de sílice se introduce en la parte superior de la columna con ayuda de un embudo de sólidos perfectamente seco. En este caso, el nivel de eluyente existente en la columna debe ser el adecuado para “mojar” completamente la muestra.
3. Se añaden 0.5 mL de eluyente que se va a utilizar en la separación y se abre la llave hasta que el sobrenadante enrase el nivel del adsorbente. Esta operación se repite al menos dos veces más hasta observar que el sobrenadante aparece incoloro y, entonces, se procede a la separación tal como se detalla más adelante.

Separación.

1. Llenar la columna con el eluyente que se va a utilizar, teniendo cuidado de no deformar el frente del adsorbente.
2. Abrir la llave de la columna y recoger las distintas fracciones en tubos de ensayo o matraces Erlenmeyer.
3. Cuando se hayan recogido varias fracciones, evaluar por CCF si la separación ha sido efectiva.
4. Reunir las fracciones que posean la misma composición y eliminar el disolvente por destilación a vacío en el rotavapor.
5. Pesar el compuesto o los compuestos puros obtenidos y determinar su punto de fusión, en el caso de que sean sólidos.

NOTA FINAL: Para completar la información debe consultarse el guión de prácticas de la asignatura de primer curso *Operaciones Básicas de Laboratorio*, así como la información disponible en el Campus Virtual.

**DOCUMENTO DE SOLICITUD DE ADAPTACIONES PARA EL
ALUMNADO CON DISCAPACIDAD O NECESIDAD ESPECÍFICA
DE APOYO EDUCATIVO**



**LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA I
GRADO EN QUÍMICA
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA ORGÁNICA
UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID**

Datos de contacto:

Nombre completo	
Móvil y/o teléfono de contacto	
Correo electrónico UCM	
Grupo de Química Orgánica I	

Seleccione de entre las siguientes opciones la que se ajusta a su situación:

- ☐ Discapacidad (Tipo):
- ☐ Necesidades Específicas de Apoyo Educativo (Tipo):
- ☐ Otro (Discapacidad sobrevenida y/o temporal, Especificar):

Exponga a continuación un breve resumen de las dificultades principales y necesidades de adaptación:

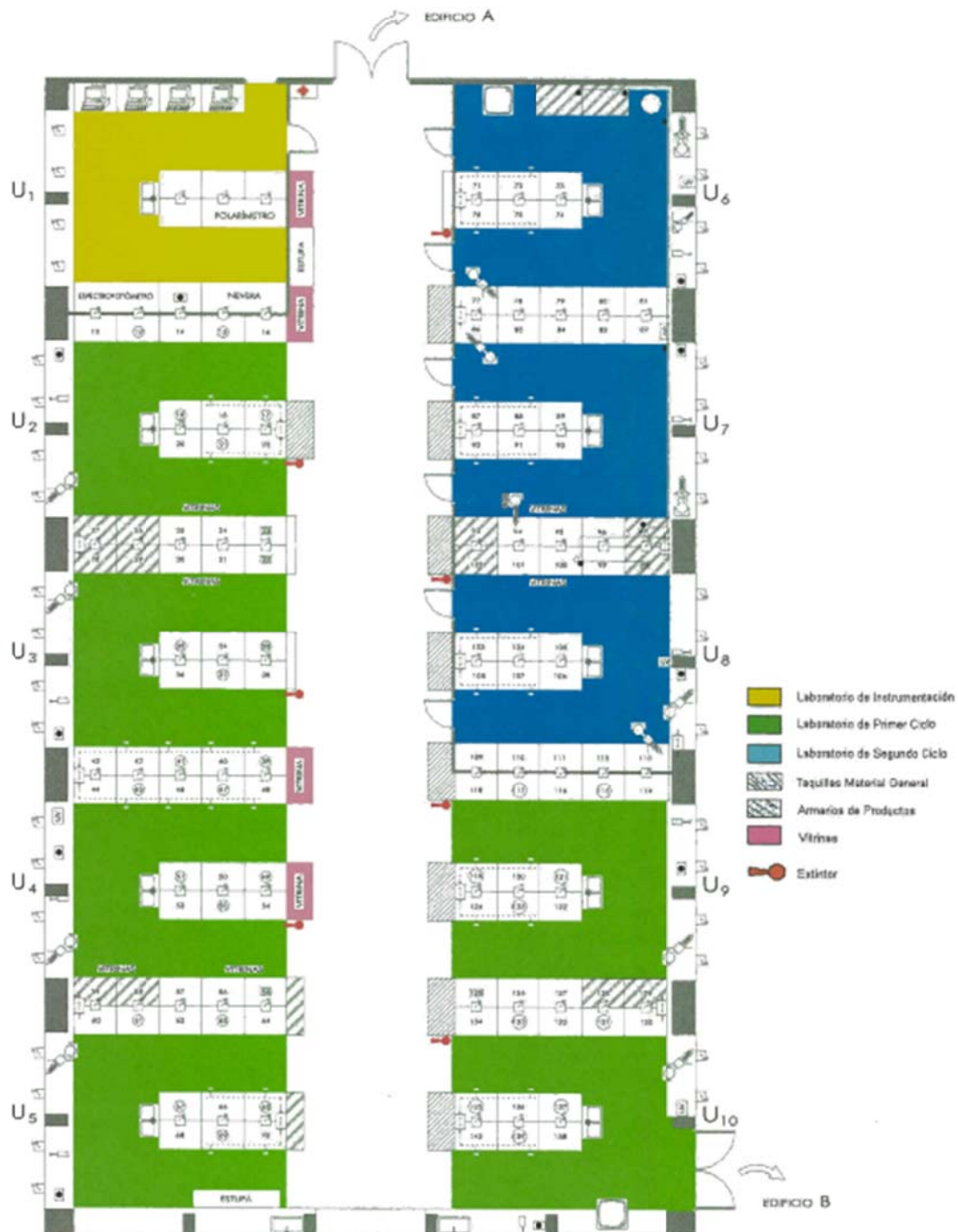
Una vez rellanado el documento, envíelo por correo electrónico al/la Coordinador/a de Prácticas, quien se pondrá en contacto para concretar las adaptaciones o ampliar información cuando sea preciso

1. DESCRIPCIÓN DE LA CONFIGURACIÓN y FUNCIONAMIENTO GENERAL DEL LABORATORIO

Distribución básica del espacio: según se muestra en el plano adjunto, el laboratorio consta de dos unidades separadas por un pasillo central, con espacio suficiente para garantizar el acceso entre las mesas y a lo largo del laboratorio. Las puertas de acceso internas y externas se mantienen abiertas en todo momento durante el transcurso de las prácticas.



LABORATORIOS DE ALUMNOS



El funcionamiento y organización de las Prácticas y del Laboratorio se describe en el Guión de la asignatura. De forma resumida, pueden destacarse los siguientes aspectos:

- El sector de laboratorio correspondiente a un grupo/profesor es autónomo en cuanto a infraestructura básica y específica; consta generalmente de uno o dos espacios separados, denominados “U”, que tienen 16 taquillas individuales.
- Cada alumno recibe una taquilla ubicada en una “U” determinada con el material de uso personal. Con el mismo número, puede utilizar una taquilla exterior para depositar las mochilas y abrigos. Para cerrar la taquilla exterior, se necesita disponer de un candado propio.
- Cada dos Ues disponen de un armario en el pasillo que contiene el material común (material de U). Existen también armarios generales que contienen material general común de todo el laboratorio.
- Los Procedimientos Normalizados de Trabajo (PNTs) que recogen las instrucciones de trabajo de los equipos se encuentran colocados en las paredes o encima de las encimeras laterales del laboratorio, a altura variable.
- Cada grupo dispone de un juego completo de disoluciones preparadas, reactivos y disolventes necesarios en cada práctica que se sitúan en los estantes centrales de una U. En las encimeras laterales se sitúan los rotavapores, granatarios, bloques de punto de fusión, lámparas UV y estufa.
- En las mesas centrales se sitúan varios puntos de vacío, bombas de vacío para destilación y algunos rotavapores.
- En las vitrinas se sitúan los refrigerantes de reflujo ya instalados en los soportes.
- El botiquín se sitúa a la entrada del laboratorio, anclado en la pared
- Los lavaojos y ducha de emergencia se sitúan en los extremos del laboratorio

Tabla 1: Altura de los espacios de trabajo, instrumentación y elementos de seguridad

DESCRIPCIÓN	ALTURA (cm)
Botiquín.	132
Vitrinas pasillo.	100
Encimeras centrales	90(alto)x78(fondo)
Estante reactivos.	133(alto)x78(fondo)
Encimeras o poyatas laterales.	100
Taquillas.	83(alto)x78(fondo)
Armarios Ues.	194
Mantas ignífugas.	150
Barras antipánicos.	100
Extintores.	160
Máquina hielo.	80
Estufas.	140
Equipos (rotavapores, bloques punto de fusión, ...)	130-165
Ropero.	Hasta 180
Lavaojos.	105
Pila de lavado	95 cm
Ducha emergencia.	190
PNTs.	150
Pulsador extractor vitrina.	165-170
Pulsador alarma incendios.	125

2. RECOGIDA DE DIFICULTADES Y SOLICITUDES DE ADAPTACIÓN:

Las prácticas se realizan de forma individual, aunque puntualmente se programen algunas actividades o pasos a realizar en grupo. Podrán realizarse adaptaciones de acceso (Ej.: modificación de alturas, reubicación de material y/o reactivos, etc), metodológicas (Ej.: empleo de esquemas y claves visuales) o proveer medios técnicos o personales (Ej.: lentes de aumento, ordenadores, intérprete de lengua de signos, etc). Si se solicita “apoyo puntual”, la práctica se programará de forma individual, y se dispondrá de apoyo concreto por parte del profesor o de otro alumno para realizar las actividades en las que exista dificultad. En caso de solicitar “apoyo permanente”, la práctica será programada para ser realizada conjuntamente con otro compañero desde el inicio, y se realizarán las adaptaciones necesarias.

NOTA 1: Sin perjuicio de lo anterior, en todo momento, podrá programarse, a juicio del profesor y considerando el desarrollo de las actividades, la exención de partes concretas de las prácticas o la realización de las mismas junto con otros compañeros.

NOTA 2: La asistencia al laboratorio de personas con discapacidad visual significativa será evaluada y autorizada específicamente, con el fin de garantizar su seguridad y la de sus compañeros y profesores en todo momento.

Discapacidad Motora

De acuerdo con las medidas y dimensiones recogidas en la Tabla 1, marque, si procede, las dificultades que puede experimentar:

Acceso a:	Existe dificultad
Material de taquilla individual y/o armarios	
Taquillas externas	
Encimera ordinaria para la colocación de montajes individuales	
Material en las encimeras laterales	
Reactivos en las estanterías centrales	
Bidones de residuos	
Elementos de seguridad (duchas, lavajos, mantas, extintores)	
PNTs para consulta	
Otros (especificar)	
Movilidad y Manejo de reactivos y material:	
Sujetar y ajustar con firmeza las piezas de un montaje y el material de laboratorio (Ej.: Apretar llave de pasos, pinzas, conectar gomas para refrigeración, conectar cables, apertura de tapones, etc)	
Precisión en la manipulación (Ej: sembrado de placas cromatográficas, introducción de sólidos en capilares de p.f., etc)	
Cortar con tijeras (papel, placas)	
Capacidad prensil: Sujeción firme y manipulación de espátulas y pipetas/aspirapipetas, embudos, probetas, etc.; precisión en el manejo de pipetas Pasteur, pinzas de madera, pinzas de metal...	
Levantamiento y manipulación de envases (2L de capacidad y 3 kg de peso)	
Otros (especificar)	
Grafomotricidad (Tomar notas, entrega de cuestiones y cálculos, elaboración del cuaderno, realización de exámenes escritos, etc)	

Teniendo en cuenta lo anterior, **Solicita:**

- ☐ Adaptación de acceso/metodología/medios técnicos
- ☐ Apoyo puntual
- ☐ Apoyo permanente

Precisar las adaptaciones necesarias:

Discapacidad Sensorial

Marque, si procede, las dificultades que puede experimentar en las siguientes situaciones:

Situación	Existe dificultad
Visualización de escala en termómetros y dispositivos calientes a distancia segura	
Visualización de señalización luminosa	
Visualización de etiquetado de reactivos y disolventes	
Captación de instrucciones en tono ordinario	
Captación de señales de alarma (sirenas, alarmas, gritos de advertencia)	
Hipersensibilidad a estímulos (luz, sonido)	
Apreciación de la temperatura de una disolución o dispositivo en contacto con la piel	
Otros (especificar):	

Teniendo en cuenta lo anterior, **Solicita:**

- ☐ Adaptación de acceso/metodología/medios técnicos
- ☐ Apoyo puntual
- ☐ Apoyo permanente

Precisar las adaptaciones necesarias:

Discapacidad psíquica, dificultades de aprendizaje, otros

Marque, si procede, las dificultades que puede experimentar:

Función ejecutiva	Existe dificultad
Comprensión de las instrucciones generales del laboratorio (normas, horarios, seguridad, etc)	

Secuenciación y temporalización de tareas	
Comprensión de instrucciones y cuestiones en el guión	
Adaptación a cambios en el procedimiento respecto a lo marcado en el guión o en las normas	
Comprensión de las instrucciones para la elaboración de la Memoria	
Comunicación	
Reparto de tareas en grupo	
Pedir ayuda a profesores, técnicos y/o compañeros	
Otros	
Alergias a reactivos o disolventes	
Problemas en la piel	
Problemas respiratorios recurrentes.	
Facilidad de mareos/pérdida de consciencia (baja tensión habitual, diabetes, etc)	
Fobias (precisar):	
Otros (precisar):	

Teniendo en cuenta lo anterior, **Solicita:**

- ☐ Adaptación de acceso/metodología/medios técnicos
- ☐ Apoyo puntual
- ☐ Apoyo permanente

Precisar las adaptaciones necesarias:

3. ADAPTACIÓN DE LAS PRUEBAS Y ELEMENTOS DE EVALUACIÓN:

En las Prácticas se requiere la asistencia a todas las sesiones programadas, que serán evaluadas junto con la realización del cuaderno de laboratorio. Asimismo, se realizará un examen escrito de carácter teórico-práctico una vez finalizado el turno.

En la convocatoria de Septiembre o Julio, se realizará adicionalmente un examen de carácter práctico en caso de que se no se hubiese alcanzado previamente una calificación de 4.0 en el laboratorio.

Teniendo en cuenta las dificultades expuestas en el Apartado 2,

Solicita:

Adaptación del examen escrito:

- ☐ Examen oral
- ☐ Disponer de más tiempo

- ☐ Organización del tiempo de cada pregunta (entrega secuenciada)
- ☐ Variación del formato del examen (Ej.: preguntas cortas en lugar de test multirrespuesta)
- ☐ Medios técnicos (especificar):
- ☐ Otros (especificar):

Adaptación del examen práctico (convocatoria extraordinaria de Septiembre/Julio):

- ☐ Adaptación de acceso/metodología/medios técnicos (especificar)

[PLANTILLA MODELO]

DOCUMENTO DE SOLICITUD DE ADAPTACIONES PARA EL ALUMNADO CON DISCAPACIDAD O NECESIDAD ESPECÍFICA DE APOYO EDUCATIVO



LABORATORIO DE ASIGNATURA
TITULACIÓN
DEPARTAMENTO
UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

Datos de contacto:

Nombre completo	
Móvil y/o teléfono de contacto	
Correo electrónico UCM	
Grupo de Asignatura	

Seleccione de entre las siguientes opciones la que se ajusta a su situación:

- ☐ Discapacidad (Tipo):
- ☐ Necesidades Específicas de Apoyo Educativo (Tipo):
- ☐ Otro (Discapacidad sobrevenida y/o temporal, Especificar):

Exponga a continuación un breve resumen de las dificultades principales y necesidades de adaptación:

Una vez rellanado el documento, envíelo por correo electrónico al/la Coordinador/a de Prácticas, quien se pondrá en contacto para concretar las adaptaciones o ampliar información cuando sea preciso

1. DESCRIPCIÓN DE LA CONFIGURACIÓN y FUNCIONAMIENTO GENERAL DEL LABORATORIO

Resumir de forma breve:

- Distribución básica del espacio del laboratorio (puede incluir plano): Encimeras, armarios y puertas de acceso internas y externas durante el transcurso de las prácticas.
- Altura de los espacios de trabajo, instrumentación y elementos de seguridad, entre otros
- Funcionamiento y organización de las Prácticas y del Laboratorio

• RECOGIDA DE DIFICULTADES Y SOLICITUDES DE ADAPTACIÓN:

Describir las adaptaciones que pueden realizarse según el programa y la dinámica del laboratorio. A continuación, se expone el ejemplo de un laboratorio de Química; el enunciado de las actividades y barreras pueden adaptarse a las características de cada asignatura o situación.

Ejemplo:

Las prácticas se realizan de forma individual, aunque puntualmente se programen algunas actividades o pasos a realizar en grupo. Podrán realizarse adaptaciones de acceso (Ej.: modificación de alturas, reubicación de material y/o reactivos, etc), metodológicas (Ej.: empleo de esquemas y claves visuales) o proveer medios técnicos o personales (Ej.: lentes de aumento, ordenadores, intérprete de lengua de signos, etc). Si se solicita “apoyo puntual”, la práctica se programará de forma individual, y se dispondrá de apoyo concreto por parte del profesor o de otro alumno para realizar las actividades en las que exista dificultad. En caso de solicitar “apoyo permanente”, la práctica será programada para ser realizada conjuntamente con otro compañero desde el inicio, y se realizarán las adaptaciones necesarias.

NOTA 1: Sin perjuicio de lo anterior, en todo momento, podrá programarse, a juicio del profesor y considerando el desarrollo de las actividades, la exención de partes concretas de las prácticas o la realización de las mismas junto con otros compañeros.

NOTA 2: La asistencia al laboratorio de personas con discapacidad visual significativa será evaluada y autorizada específicamente, con el fin de garantizar su seguridad y la de sus compañeros y profesores en todo momento.

Discapacidad Motora

De acuerdo con las medidas y dimensiones recogidas en el Apartado anterior, marque, si procede, las dificultades que puede experimentar:

Acceso a:	Existe dificultad
Material de taquilla individual y/o armarios	
Taquillas externas	
Encimera ordinaria para la colocación de montajes individuales	

Material en las encimeras laterales	
Reactivos en las estanterías centrales	
Bidones de residuos	
Elementos de seguridad (duchas, lavaojos, mantas, extintores)	
PNTs para consulta	
Otros (especificar)	
Movilidad y Manejo de reactivos y material:	
Sujetar y ajustar con firmeza las piezas de un montaje y el material de laboratorio (Ej.: Apretar llave de pasos, pinzas, conectar gomas para refrigeración, conectar cables, apertura de tapones, etc)	
Precisión en la manipulación (Ej: sembrado de placas cromatográficas, introducción de sólidos en capilares de p.f., etc)	
Cortar con tijeras (papel, placas)	
Capacidad prensil: Sujeción firme y manipulación de espátulas y pipetas/aspirapipetas, embudos, probetas, etc.; precisión en el manejo de pipetas Pasteur, pinzas de madera, pinzas de metal...	
Levantamiento y manipulación de botellas de hasta 2L de capacidad y 3 kg de peso	
Otros (especificar)	
Grafomotricidad (Tomar notas, entrega de cuestiones y cálculos, elaboración del cuaderno, realización de exámenes escritos, etc)	

Teniendo en cuenta lo anterior, **Solicita:**

- ☐ Adaptación de acceso/metodología/medios técnicos
- ☐ Apoyo puntual
- ☐ Apoyo permanente

Precisar las adaptaciones necesarias:

Discapacidad Sensorial

Marque, si procede, las dificultades que puede experimentar en las siguientes situaciones:

Situación	Existe dificultad
Visualización de escala en termómetros y dispositivos calientes a distancia segura	
Visualización de señalización luminosa	
Visualización de etiquetado de reactivos y disolventes	
Captación de instrucciones en tono ordinario	
Captación de señales de alarma (sirenas, alarmas, gritos de advertencia)	
Hipersensibilidad a estímulos (luz, sonido)	
Apreciación de la temperatura de una disolución o dispositivo en contacto con la piel	
Otros (especificar):	

Teniendo en cuenta lo anterior, **Solicita:**

- ☐ Adaptación de acceso/metodología/medios técnicos
- ☐ Apoyo puntual
- ☐ Apoyo permanente

Precisar las adaptaciones necesarias:

Discapacidad psíquica, dificultades de aprendizaje, otros

Marque, si procede, las dificultades que puede experimentar:

Función ejecutiva	Existe dificultad
Comprensión de las instrucciones generales del laboratorio (normas, horarios, seguridad, etc)	
Secuenciación y temporalización de tareas	
Comprensión de instrucciones y cuestiones en el guión	
Adaptación a cambios en el procedimiento respecto a lo marcado en el guión o en las normas	
Comprensión de las instrucciones para la elaboración de la Memoria	
Comunicación	
Reparto de tareas en grupo	
Pedir ayuda a profesores, técnicos y/o compañeros	
Otros	
Alergias a reactivos o disolventes	
Problemas en la piel	
Problemas respiratorios recurrentes.	
Facilidad de mareos/pérdida de consciencia (baja tensión habitual, diabetes, etc)	
Fobias (precisar):	
Otros (precisar):	

Teniendo en cuenta lo anterior, **Solicita:**

- ☐ Adaptación de acceso/metodología/medios técnicos
- ☐ Apoyo puntual
- ☐ Apoyo permanente

Precisar las adaptaciones necesarias:

2. ADAPTACIÓN DE LAS PRUEBAS Y ELEMENTOS DE EVALUACIÓN:

Generalmente, en las Prácticas se requiere la asistencia a todas las sesiones programadas, que serán evaluadas junto con la realización de una Memoria y un examen de carácter teórico, teórico-práctico o únicamente de carácter práctico. Las adaptaciones, por tanto, deben tener en consideración también el proceso de evaluación y ser aplicadas al mismo.

Ejemplo:

Teniendo en cuenta las dificultades expuestas en el Apartado 2,

Solicita:

Adaptación del examen escrito:

- ☐ *Examen oral*
- ☐ *Disponer de más tiempo*
- ☐ *Organización del tiempo de cada pregunta (entrega secuenciada)*
- ☐ *Variación del formato del examen (Ej.: preguntas cortas en lugar de test multirrespuesta)*
- ☐ *Medios técnicos (especificar):*
- ☐ *Otros (especificar):*

Adaptación del examen práctico (convocatoria extraordinaria de Septiembre/Julio):

- ☐ *Adaptación de acceso/metodología/medios técnicos (especificar)*